

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ імені В.Н.КАРАЗІНА

В.С.КРИЛОВСЬКИЙ, В.І.БІЛЕЦЬКИЙ

## **ТЕХНІКА НИЗЬКИХ ТЕМПЕРАТУР**

Навчальний посібник

Харків – 2009

УДК 536.48 (075.8) – фіз. низьк. т.

ББК 22.36я73

К85

Криловський В.С., Білецький В.І. Техніка низьких температур; Навчально – метод. посібник. – Х.: ХНУ імені В.Н.Каразіна, 2009 р. -

Викладений основний зміст курсів «Вступ до спеціальності» і «Техніка низьких температур», що пропонуються студентам III курсу фізичного факультету, які спеціалізуються в галузі фізики низьких температур. Розглянуті методи отримання низьких температур, низькотемпературна термометрія, основні методи і лабораторне устаткування для проведення вимірювань в області низьких температур.

Список посилань: 21 назв.

Рекомендовано до друку Вченою радою  
фізичного факультету

Протокол № 3 від 20.03 2009 року.

© Харківський національний університет  
імені В.Н.Каразіна

## Передмова

Фізика низьких температур (або більш точно – низькотемпературна фізика), яка виникла трохи більше 100 років тому, спочатку зосередилася на досягненні температур можливо найбільш близьких до абсолютного нуля. Поступово ця галузь науки перетворилася в потужний інструмент дослідження фундаментальних квантових властивостей матерії. Не випадково вагома частка нобелівських лауреатів одержала премії саме за внесок у фізику низьких температур. Ряд таких відкриттів був настільки незвичайним, що потрібно було багато років для їхнього теоретичного тлумачення. Досить сказати, що аж до теперішнього часу усе ще немає єдиної думки про механізм виникнення високотемпературної надпровідності, відкритої в 1986 році.

Підготовка фахівців у цій галузі передбачає не тільки загальнофізичні знання, але й специфічні навички з техніки одержання й використання низьких температур. Це досить складні експериментальні установки, у яких електричні й механічні вузли повинні працювати при температурах, близьких до абсолютного нуля. Існує досить великий перелік спеціальної літератури, присвяченої техніці низьких температур. Однак, в основному, це перекладна література 70 – 80-х років минулого сторіччя, видана вкрай обмеженими накладками, яка у багатьох випадках являє бібліографічну рідкість. Значний об'єм журналів “Прилади для наукових досліджень” (Росія) , “Rev. of Scientific Instruments” (США) і спеціалізований журнал “Cryogenics” (Голландія) присвячений методам фізики низьких температур, однак доступність цих журналів, на жаль, обмежена.

У даному методичному посібнику зроблена спроба викласти той безумовний мінімум технічних відомостей, що необхідний студентові, який спеціалізується в області фізики низьких температур. У переліку використаних літературних джерел наведена більшість відомих авторам видань за останні 50 років, присвячених розглянутим питанням. Обмежений об'єм посібника не дає можливості досить докладно зупинитися на кожній темі і, як ми сподіваємося, при самостійній роботі студентів буде основою для пошуків більш докладної інформації.

## **1. Історичний огляд**

Історію фізики низьких температур [1], очевидно, варто почати з відкриття Гійомом Амонтоном в 1702 році лінійної залежності тиску газу від температури при постійному об'ємі, що дозволило вперше порушити питання про деяку мінімальну температуру в природі, тобто про абсолютний нуль температури. Через століття – в 1797 році цей результат більш строго був сформульований Шарлем, що визначив точне значення коефіцієнта в лінійній залежності –  $1/273$ . У такий спосіб абсолютним нулем була названа температура  $-273^{\circ}\text{C}$ . Але потрібне було ще ціле XIX століття, щоб фізична наука дала чіткі концепції шляхів реалізації процесів охолодження, а техніка одержання низьких температур дозволила наблизитися до цієї температури.

Модель теплорода, що панувала в XVIII столітті, поступово поступилася на початку XIX століття кінетичній теорії. А аналіз основної роботи Сааді Карно, присвяченої тепловій машині, показав, що в теплових процесах (циклах) зберігається не теплота, а деяка інша величина, яку пізніше назвали ентропією. Найбільш вражаючі результати дав так званий термодинамічний підхід, що дозволив системою рівнянь зв'язати

макроскопічні параметри газу: температуру, об'єм і тиск із ентропією, кількістю отриманої теплоти й роботою, вчиненою системою в різних процесах, які можуть протікати з даною кількістю газу. На підставі як кінетичної теорії, так і термодинамічного підходу (зворотний цикл Карно) легко бачити, що якщо газ при розширенні чинить роботу, то він повинен охолоджуватися. І хоча холодильні пристрої, які використовували зворотний (холодильний) цикл теплової машини з робочим газом на основі вуглеводнів, з'явилися вже в 1879 році, тільки в 1887 році Сольвей у Німеччині спробував скрапити повітря в поршневій машині розширення (детандері). І тільки в 1902 році Клод у Франції побудував перший скраплювач з поршневим детандером, що працює при температурі  $-196^{\circ}\text{C}$ , температурі кипіння рідкого азоту.

Однак перший успіх у зрідженні кисню був досягнутий іншим шляхом. Ще Фарадеєм в 1823 році був відзначений зв'язок між тиском і температурою в процесі зрідження газу. Ці дослідження показали, що можливий шлях одержання рідких газів – охолодження об'єму, який обіймає газ під високим тиском до можливо більш низької температури. І дійсно таким шляхом удалося перевести в рідкий стан багато газів: вуглекислий газ, аміак, сірководень, ряд газів вуглеводневого циклу («болотні» гази). Однак основні компоненти атмосфери Землі: азот, кисень і водень таким способом скрапити не вдавалося, що дало привід віднести їх до так званих «сталих» газів.

Починаючи з робіт Каньяра (1822 рік) поступово прийшло розуміння умов рівноваги газ - рідина і було сформульоване уявлення про критичний стан, тобто про таку температуру, вище якої ніяким зовнішнім тиском газ неможливо перевести до рідкого стану. Найбільш повні експериментальні дослідження були виконані в 1861–1869 роках Томасом Ендрюсом. Досліджуючи ізотермічні процеси в газах при різних температурах, він побудував діаграми стану рідина – пара. Теоретично ці дослідження

одержали обґрунтування в роботах Ван дер Ваальса, якому вдалося представити досить просте рівняння стану реальних газів, що дозволяло на основі експерименту оцінити критичні параметри кривої рівноваги рідина - пара.

Першими в 1877 році в процесі стиснення одержати рідкий кисень вдалося практично одночасно Кальєте у Франції і Пікте у Швейцарії. Однак аналізуючи їхні експерименти легко побачити, що в дійсності вони не досягли критичної температури стислого газу, а хмарка рідкого повітря в їхніх експериментах пов'язана з раптовим розширенням газу з установки в «порожнечу». Їхні експерименти дивно нагадували експерименти Джоуля й Томпсона (1852 рік), у яких також спостерігали скраплення газу при витіканні з вузького отвору (сопла). Цей спосіб також знайшов пояснення в рамках моделі Ван дер Ваальса й одержав згодом назву – метод охолодження Джоуля – Томпсона.

В 1883 році Ольшевський і Вроблевський у Варшаві, вже знаючи критичні параметри кисню ( $t_{\text{крит}} = -118^{\circ}\text{C}$  і  $P_{\text{крит}} = 50 \text{ атм.}$ ) змогли шляхом стиснення перевести спочатку кисень, а потім і азот у рідкий стан у кількостях, достатніх для проведення подальших досліджень. Цей рік і можна вважати початком експериментальних досліджень в області низьких температур.

Однак дослідження показали, що з погляду холодопродуктивності найбільш перспективним є метод охолодження з використанням зворотного теплового циклу. Цей цикл Лінде–Хемпсона за участю теплообмінників з 1895 року успішно використовується для скраплення газів у промислових кількостях. Радикальним удосконаленням цього методу з'явилося застосування П.Л. Капіцею в 1932 році турбіни, у якій відбувається розширення газу при здійсненні роботи. І аж до теперішнього часу повітряні турбодетандери – основа промислових установок зрідження повітря.

Подальший прогрес в опануванні низьких температур пов'язаний з ім'ям Джеймса Дюара. В 1893 році в Лондоні він продемонстрував посудину для зберігання рідких газів (ми тепер називаємо її посудиною Дюара). Його конструкція збереглася практично незмінною до наших днів – удосконалювалась тільки технологія виготовлення цих посудин. Маючи в розпорядженні таку посудину, можна було приступати до спроб зрідження водню – газу, теплота випарювання якого в рідкому стані повинна бути майже в 4 рази меншою, ніж у кисню.

В 1896 році Дюар приступився до робіт зі зрідження водню на установці, що використовувала метод Джоуля–Томпсона. Цей метод і досі є основним в установках для зрідження водню й гелію, тому що не вимагає механічних пристроїв, що рухаються, при наднизьких температурах. Через два роки, в 1898 році Дюар уперше у світі одержав перші 20 мілілітрів рідкого водню.

На межі XIX й XX століть світовим центром фізики низьких температур став Лейденський університет у Голландії і його знаменита лабораторія, яку очолював Камерлінг – Онес. Йому вдалося створити розвинену науково-технічну інфраструктуру, що дозволила приступитися до зрідження останнього відомого газу – гелію. Оцінки показували, що критична температура гелію становила всього кілька Кельвінів, тобто порядку  $-265^{\circ}\text{C} \div -267^{\circ}\text{C}$ . Їм була побудована каскадна зріджувальна установка, у якій гелій послідовно охолоджувався рідким азотом, а потім воднем. Гелієвий щабель працював на циклі Джоуля–Томпсона. І от в 1908 році вперше було отримано 10 мілілітрів рідкого гелію. Термін «сталий газ» зник з фізики низьких температур. У перших же експериментах шляхом відкачки пари гелію була досягнута температура  $\approx 1,5\text{K}$ , а потім, удосконалюючи насоси, й  $\approx 0,8\text{K}$ . Фізикам став доступний практично весь діапазон низьких температур.

Тільки через півстоліття, в 1953 році, використовуючи легкий ізотоп гелію  $^3\text{He}$ , що був продуктом реакцій в атомних реакторах і став доступний у необхідних кількостях, фізикам вдалося одержати шляхом зрідження й відкачки пари температуру близько 0,25К.

Однак ще в 1926 році Дебаєм і Дзіоком незалежно був запропонований зовсім інший метод одержання наднизьких температур – адіабатичне розмагнічування. В основі методу лежить можливість керування за допомогою зовнішнього магнітного поля ентропією «газу» магнітних моментів у парамагнітних солях. А оскільки закони термодинаміки універсальні, то, у цілому, результати аналогічні тим, які отримані при керуванні ентропією звичайних газів шляхом створення зовнішнього тиску й наступного розширення в адіабатичних умовах.

І, нарешті, слід зазначити запропонований в 1962 році метод розчинення  $^3\text{He}$  в  $^4\text{He}$ , у якому «керування» ентропією засноване на тому, що ізотопи гелію підкоряються різним квантовим статистикам, і як наслідок – температурна залежність їхньої питомої ентропії також різна.

Дослідження в області низьких температур дозволили відкрити такі фундаментальні явища, як надпровідність, надплинність, вивчити енергетичну структуру металів і напівпровідників, з'явилися потужним стимулом для розвитку квантової теорії. У теперешній час саме низькотемпературні ефекти є основою метрології й засобом уточнення світових констант, на основі низькотемпературних пристроїв створені найбільш чутливі методи вимірів. І, нарешті, можливість створення термоядерного реактора зараз обговорюється тільки в комплексі з розробкою надпровідних магнітних систем для утримання плазми.

У СРСР рідкий гелій уперше був отриманий в 1934 році в Харкові у Фізико-технічному інституті. Кріогенна лабораторія цього інституту поклала початок розвитку фізики низьких температур у СРСР і в Україні.



Наукова школа, створена в цьому інституті, природно, дуже вплинула на тематику робіт і навчальний процес у Харківському держуніверситеті – з 1952 року фізика низьких температур одержує свій розвиток у стінах університету. В 1978 році викладачі й співробітники фізичного факультету, пов'язані з фізикою низьких температур, виділяються в самостійну кафедру – кафедру фізики низьких температур на чолі з член.-кор. АН УРСР В.Г. Хоткевичем.

Величезним внеском у розвиток фізики низьких температур в Україні є створення в 1958 році в Харкові Фізико-технічного інституту низьких температур і у 1960 році Фізико-технічного інституту у Донецьку. Багато випускників фізичного факультету ХНУ ім. В.Н. Каразіна і кафедри фізики низьких температур є в цей час співробітниками цих інститутів, проводяться спільні дослідження, у ФТІНТ АН України створена філія кафедри, що курирує виконання курсових і дипломних робіт студентами кафедри.

Відкрита у 1986 році високотемпературна надпровідність дозволила перенести багато важливих досліджень в область азотних температур. Як і раніше залишається досить актуальним пошук надпровідності при ще більш високих температурах.

Підбиваючи підсумок короткому історичному нарису, необхідно підкреслити, що фізичні явища при низьких температурах були й залишаються в числі основних фундаментальних досліджень фізики конденсованого стану, оскільки температура, при якій перебуває об'єкт досліджень, є тим фактором, що, на жаль, часто заважає побачити й зрозуміти ті фундаментальні квантово-механічні явища, які, в остаточному підсумку, і дають можливість зрозуміти фізичну картину світу, а з іншого боку – можливість використати їх для реалізації різних технічних пристроїв.

## 2. Термодинаміка процесів зріджування

Для одержання низьких температур найбільш зручними є фізичні системи слабо взаємодіючих частинок (або квазічастинок), у яких ентропія залежить від декількох параметрів, одним із яких є температура [2]. При цьому зміни ентропії від фізичних параметрів  $S = S(x_1, x_2, \dots, T)$  повинні бути досить великі для ефективної технічної реалізації цих залежностей. Найбільш широко в техніці глибокого охолодження використовують реальні гази (частинки), системи електронних або ядерних спінів (квазічастинки), а також системи, які використовують розбіжності в поведінці частинок, що підкоряються різним квантовим статистикам (розчини  $^3\text{He} - ^4\text{He}$ ).

Розглянемо ідеальний газ. Ентропію такого газу  $S = S(p, V, T)$  технічно просто змінити шляхом стискування (або розширення) газу. Нехай ми маємо газ при двох тисках, причому  $P_2 > P_1$  (рис. 2.1). Ентропія такого газу – деяка монотонна функція температури. Якщо газ стискати адіабатично, температура його буде зростати за рахунок збільшення внутрішньої енергії. Повертаючись до вихідного тиску  $P_1$ , ми знову потрапимо в точку (1) діаграми. Будемо тепер стискати газ ізотермічно (напрямок b). Для цього необхідно роботу стиску у вигляді запасеного тепла відвести в навколишнє середовище, тому що за визначенням  $TdS = dQ = dU + PdV$ ,  $PdV < 0$ ,  $dU = 0$ , то  $\Delta S < 0$  і ентропія газу зменшується (точка 2 на діаграмі). Надамо газу можливість зробити роботу в адіабатичному режимі. У цьому разі  $PdV = -dU$  і оскільки  $PdV > 0$ , це буде відповідати переходу уздовж лінії  $2 \rightarrow 3$ . Температура газу зменшується на величину  $\Delta T = T_1 - T_2$ . На  $P - V$  діаграмі (рис. 2.1,б) процесу ізотермічного розширення при більш високій температурі відповідає крива 1-2, а адіабатичному розширенню крива 2-3, при цьому газ охолоджується

до температури  $T_2$ . Для моля ідеального газу зниження температури за один цикл розширення можна одержати за формулою (2.1)

$$\Delta T = T_1 \left[ 1 - \left( \frac{V_1}{V_2} \right)^{\gamma-1} \right], \quad (2.1)$$

де  $\gamma = \frac{C_p}{C_v}$  і  $\Delta T < 0$ , якщо  $V_2 > V_1$  (розширення).

Оскільки з конструктивних міркувань зміна об'єму не може бути як завгодно великою, звичайно  $\Delta T \ll T_1$ . Однак цикл можна повторювати в умовах, коли вихідна температура  $T'_1 < T_2$ , і у такий спосіб через якийсь час остудити газ до температури конденсації, тобто одержати рідкий холодоагент [3-6]. Цей метод широко розповсюджений у промисловості для одержання рідких азоту й кисню. Пристрої, у яких газ виконує роботу при адіабатичному розширенні, називають детандерами. Вони являють собою або звичайний циліндр із поршнем, або турбодетандер, у якому газ змушує обертатися турбіну. Оскільки всі ці механічні пристрої повинні працювати аж до температур конденсації (для азоту це 77 К), виникають труднощі при технічній реалізації цих механізмів в області низьких температур. Особливо це стосується процесу одержання рідкого гелію, оскільки створення вакуумно щільних рухливих механічних з'єднань при температурах, близьких до абсолютного нуля, є дуже складним інженерним завданням.

Однак існує альтернативний метод зниження температури реальних газів, заснований на ефекті Джоуля–Томсона. Розглянемо процес, при якому теплоізований газ при тиску  $P_1 = \text{const}$  через пористу перегородку або малий отвір (дросель) перетікає в інший об'єм з тиском  $P_2 = \text{const}$ . При цьому  $P_1 > P_2$ . Перегородка повністю усуває всі макроскопічні рухи в газі, тобто процес необоротний. Зміна внутрішньої енергії газу ліворуч і праворуч  $U_2 - U_1$  у точності дорівнює різниці робіт, зроблених над газом ліворуч і газом праворуч, тобто  $P_1 V_1 - P_2 V_2$ .

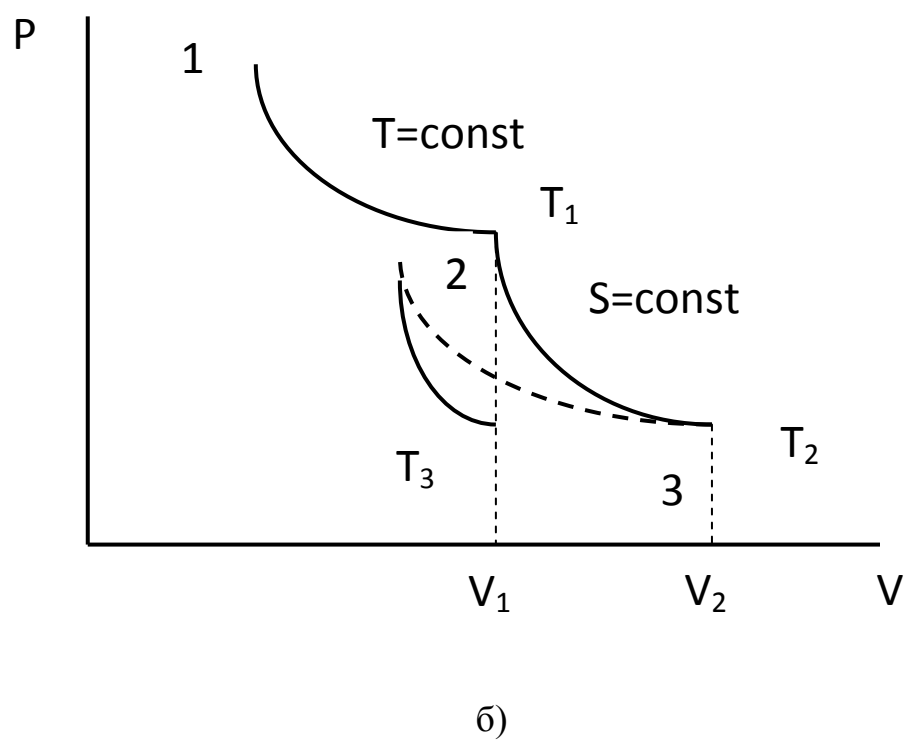
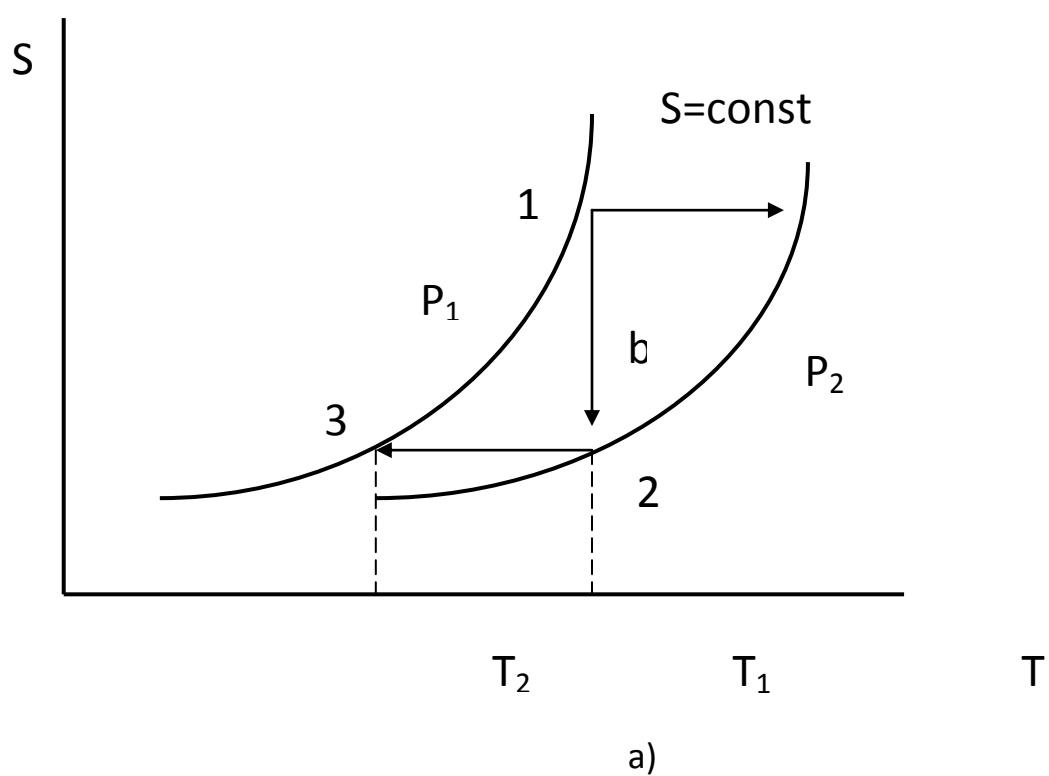


Рис.2.1. Процес охолодження газу в координатах: а)  $T$ - $S$  і б)  $P$ - $V$ .  
 У циклічному процесі з використанням теплообмінника наступний цикл відбувається при більш низькій температурі  $T_3$

Звідси

$$U_1 + P_1 V_1 = U_2 + P_2 V_2. \quad (2.2)$$

Якщо процес відбувається при постійному тиску, то кількість тепла може бути записана у вигляді диференціала  $dQ = d(U + PV) = dW$  деякої величини  $W = U + PV$ , яку у термодинаміці називають тепловою функцією або ентальпією (тепломісткістю). У такий спосіб процес ізоентальпійний. Відповідно до першого начала термодинаміки  $dQ = dU + PdV$ , на основі другого начала термодинаміки  $dS = \frac{dQ}{T}$ . Звідси  $TdS = dU + PdV$ . Якщо ентальпія зберігається, то  $dW = dU + PdV + VdP = 0$  і  $TdS + VdP = 0$ .

Візьмемо до уваги, що  $dS = \frac{C_p}{T} dT - \left(\frac{dV}{dT}\right)_p dP$ , одержимо  $C_p dT - T\left(\frac{dV}{dT}\right)_p dP + VdP = 0$ . Уведемо коефіцієнт охолодження газу  $\left(\frac{dT}{dP}\right)$ . Для ізоентальпійного процесу можна одержати, що:

$$\alpha_w = \left(\frac{dT}{dP}\right)_w = \frac{1}{C_p} \left[ T\left(\frac{dV}{dT}\right)_p - V \right]. \quad (2.3)$$

Для ідеального газу з рівнянням стану  $PV = RT$   $\alpha_w = 0$ .

Для процесу адіабатичного розширення газу відповідний коефіцієнт охолодження буде

$$\alpha_s = \left(\frac{dT}{dP}\right)_s = \frac{T}{C_p} \left(\frac{dV}{dT}\right)_p. \quad (2.4)$$

Для ідеального газу  $\alpha_s > 0$  завжди.

Однак експеримент показує, що ізоентальпійне розширення в певних умовах може привести як до нагрівання, так і до охолодження реальних газів. Це пов'язане з тим, що реальні гази підкоряються більше складному рівнянню стану – рівнянню Ван-дер-Ваальса

$$\left(P + \frac{a}{V^2}\right)(V - b) = RT. \quad (2.5)$$

Виправлення  $a$  пов'язане із внутрішнім тиском, що пов'язане з наявністю сил притягання, обумовлених диполь-дипольною взаємодією молекул (флуктуючі дипольні моменти в середньому за рахунок ефектів взаємної поляризації притягуються). Виправлення  $b$  пов'язане зі зменшенням об'єму газу за рахунок об'єму молекул і стає досить істотним при більших густинах і температурах. У сумі роль цих двох виправлень досить добре описується в рамках потенціалу Ленарда–Джонса взаємодії двох молекул (рис. 2.2)

$$E(r) = 4\varepsilon \left[ \left( \frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left( \frac{\sigma}{r} \right)^6 \right]. \quad (2.6)$$

Відстань  $r_0$  відповідає мінімуму потенційної енергії взаємодії. Зрідження газу відповідає умові  $|E_k| < |E_n|$ . Нехай газ перебуває при високому тиску так, що  $r < r_0$ . У цьому випадку визначальною буде роль виправлення  $b$  в (2.5) і перший доданок в (2.6). При розширенні такого газу в силу того, що  $E_n + E_k = E = \text{const}$  (газ теплоізований), його температура буде зростати, оскільки  $T \sim E_k$ . Якщо температура й тиск порівняно невеликі, то  $r > r_0$  і при зменшенні тиску газ буде охолоджуватися. У реальних процесах варто також урахувати роль температури при обчисленні відносної частки часу перебування молекул на дуже малих відстанях один від одного. Всі ці фактори приводять до  $P$ - $T$  діаграми (рис. 2.3), на якій область  $(-)$  відповідає негативному ефекту Джоуля–Томсона, тобто нагріванню газу при розширенні, а область  $(+)$  – охолодженню газу. Крива, що розділяє ці дві області, зветься кривою інверсії, а значення  $T$  при заданому  $P$  – точка інверсії. При  $P = 0$  ці точки наведені в таблиці, з якої видно, що позитивний ефект Джоуля–Томсона можливий тільки за попереднім охолодженням водню і гелію в циклі адіабатичного розширення. Газ може бути переведений у рідкий стан стисненням лише при  $T < T_k$  (критична температура).

Таблиця 2.1

**Температури точок інверсії**

Газ	O <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	<sup>4</sup> He
T <sub>i</sub> , K	893	621	204	40

Таблиця 2.2

**Критичні температури газів**

Газ	O <sub>2</sub>	Ar	N <sub>2</sub>	Ne	H <sub>2</sub>	<sup>4</sup> He
T <sub>к</sub> , K	154,4	150,8	126,2	45,2	33,2	5,2
P <sub>к</sub> , ат.	50	48	33,5	26	12,85	2,2

**3. Конструкції зріджувачів газів****3.1. Зріджувачі газів**

У другому розділі навчального посібника були наведені термодинамічні основи двох шляхів отримання низьких температур за допомогою скраплення газів. Це – охолодження за допомогою адіабатичних процесів і охолодження з використанням ефекту Джоуля–Томсона (дроселювання). Розглянемо існуючі пристрої, що реалізують ці методи. Умовно зріджувачі можливо поділити на конструкції, у яких відбувається скраплення повітря (тобто азоту і кисню) і більш складні пристрої, у яких отримують скраплені водень і гелій. За принципом дії з ім'ям Лінде за звичай пов'язують дросельні системи, а з ім'ям Клода –детандерні адіабатичні системи. Цей розподіл теж досить умовний – сучасні системи є

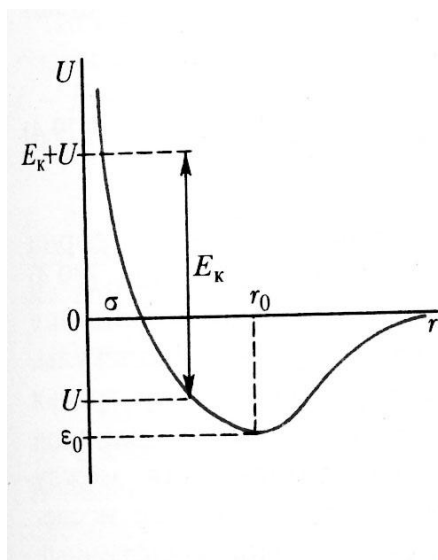


Рис.2.2. Потенціальна енергія взаємодії частинок (потенціал Леннарда – Джонса)

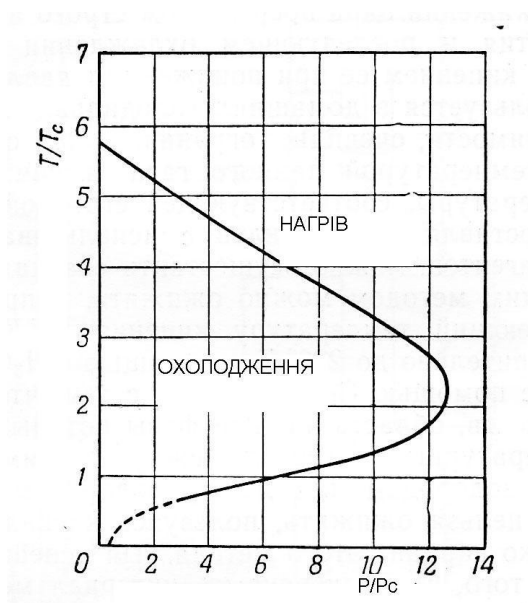


Рис.2.3. Зведена крива інверсії газів ( $T_K$  і  $P_K$  – критичні температура і тиск)



комбінованими, тобто у високотемпературній частині (попереднє охолодження) використовують детандери з достатньо значною продуктивністю, а на низькотемпературному щаблі майже у всіх випадках використовують ефект Джоуля–Томсона в конструкціях без рухомих елементів.

Коротко розглянемо основні схеми зріджувачів. На рис. 3.1 наведена схема Лінде. У циклі попереднього охолодження  $V_1$  дроселювання під тиском  $200 \cdot 10^5 \text{ Па}$  зменшує температуру до, приблизно,  $140\text{К}$ , а остаточне скраплення виконує наступний дросель  $V_2$  під тиском  $40 \cdot 10^5 \text{ Па}$ . Ефективний відбір тепла від газу, що прямує до дроселів, здійснюється комбінованим двоконтурним теплообмінником. На рис. 3.2 наведена схема більш продуктивного зріджувача, у якого ступінь попереднього охолодження виконана з використанням детандера. Усі сучасні зріджувачі повітря мають подібну функціональну схему, але підвищення продуктивності цих машин забезпечується за допомогою турбодетандерів. Використання турбін як у прямому, так і в зворотному циклах Карно (строго кажучи технічних циклах) дає суттєве підвищення коефіцієнта корисної дії теплових машин.

Водневі і гелієві зріджувачі в основних рисах повторюють конструктивні схеми повітряних зріджувачів. Але є і суттєві відмінності, які обумовлені головним чином низькими критичними температурами і малими питомими коефіцієнтами випаровування. Усі низькотемпературні зріджувачі потребують ефективного зовнішнього охолодження або за допомогою рідкого азоту, або з використанням дуже ефективних теплообмінників поряд з якісною теплоізоляцією. У 1934 р. П.Л. Капіца побудував перший гелієвий зріджувач, що не використовував попереднє охолодження рідким воднем (існуючі на той час конструкції мали два щаблі охолодження азотний  $T = 77\text{К}$  і водневий  $T = 20\text{К}$ ). Схема зріджувача наведена на рис. 3.3. Стиснутий до  $30 \cdot 10^5 \text{ Па}$  гелій попередньо охолоджується у теплообміннику рідким азотом, після чого його основна частина розширюється у детандері  $E$

і повертається крізь комбінований теплообмінник, охолоджуючи наступну порцію гелію, що складає біля 10% загальної кількості. Ця порція після наступного дроселювання частково переходить у рідкий стан, а решта повертається крізь теплообмінник, охолоджуючи наступні порції газу.

Дуже поширена (головним чином у США) конструктивна схема, у якій зовсім не використовується рідкий азот, – так званий зріджувач Колінза. Азотний щабель у ньому замінений на гелієвий дросельний попередній охолоджувач. Ця схема має відносно велику продуктивність і в основних рисах використовується у багатьох конструкціях у теперішній час.

Треба зазначити, що основним вузлом будь-якої конструкції зріджувачів є якісні, ретельно обраховані і виконані теплообмінники. В останні роки стали дуже поширеними конструкції, у яких охолодження газів не передбачає їх подальшого скраплення. Треба тільки мати робочій інтервал температур від кімнатної до температури скраплення. Такі охолоджувачі можуть бути використаними, наприклад, у обдувних кріостатах. В основі їх конструктивної схеми покладений принцип роботи охолоджувача фірми «Філіпс». Це комбінований компресор-детандер з регенератором-теплообмінником (рис. 3.4), у якому засинхронізовані цикли стиснення і адіабатичного розширення газу на холодному кінці пристрою. Поступова обернена прокачка газу крізь теплообмінник дозволяє знижувати температуру корпусу детандера майже до температури скраплення. У той чи інший конкретний спосіб подібна конструкція зараз реалізується багатьма фірмами. Водневі зріджувачі за своєю конструкцією не мають принципових відмінностей від гелієвих, до того ж водень у науково-дослідній практиці з міркувань безпеки зараз майже не використовують.

Треба зазначити, що безпечна і продуктивна робота будь-якого зріджувача перш за все залежить від чистоти газів. Тому у циклі скраплення газ попередньо пропускають крізь механічні і кріогенні адсорбційні пастки

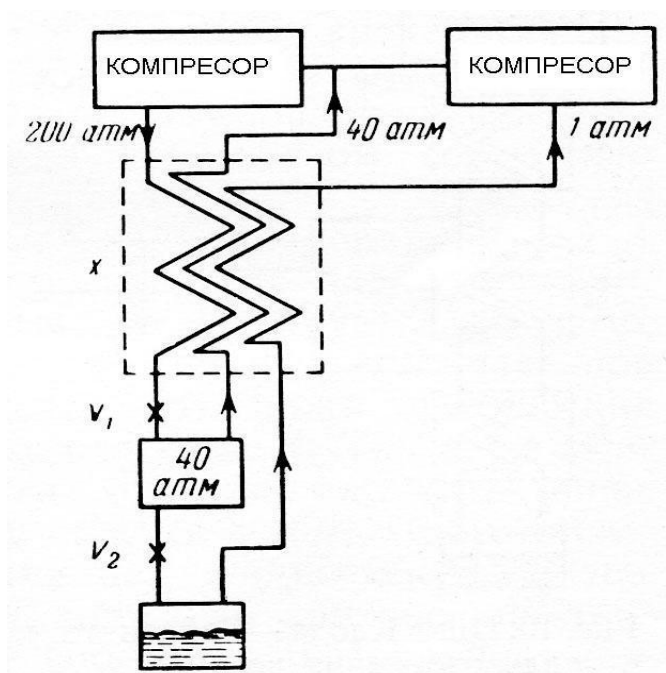


Рис.3.1. Двоступеневий повітряний зріджувач Лінде

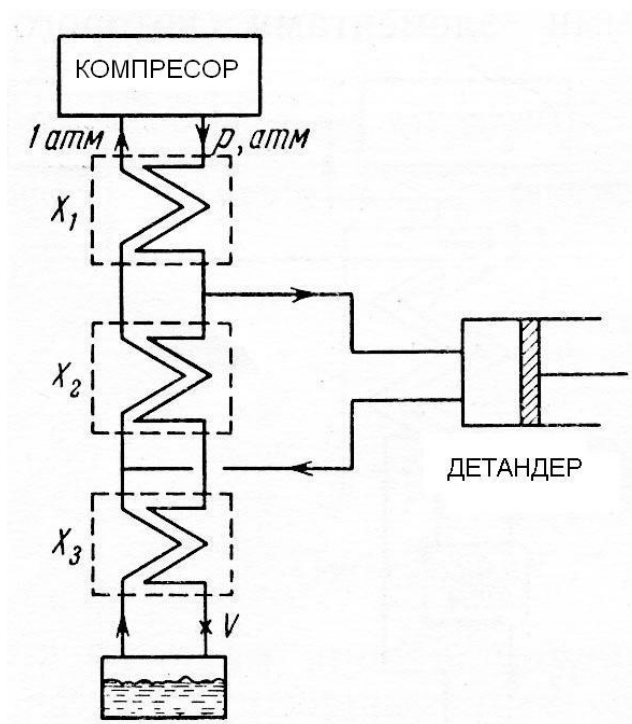


Рис.3.2. Двоступеневий повітряний зріджувач Клода

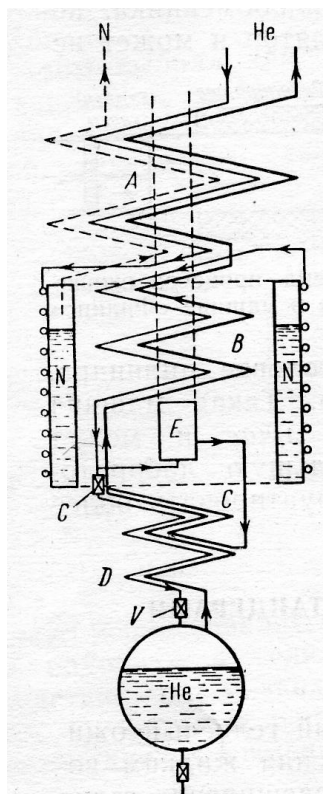


Рис.3.3. Гелієвий зріджувач Капіци: А, В і С – теплообмінники; V і С – дроселі

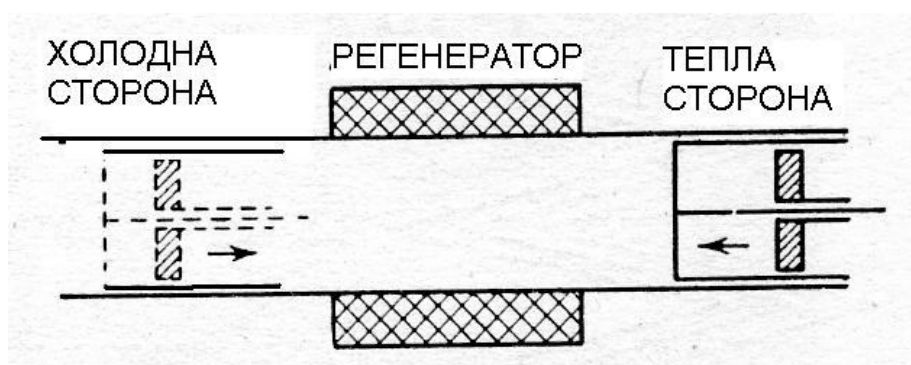


Рис.3.4. Схема холодильної машини «Філіпс»

для видалення домішок (інших газів, мастила, твердих частинок), які можуть привести і до механічних ушкоджень зріджувачів.

### **3.2. Теплообмінники**

Якщо розглядати однократний цикл адіабатичного розширення газу (рис. 2.1) і задатися метою перетворити вихідну кількість газу в рідину, тобто  $T_2 = T_{\text{кип}} (p = 0)$ , то наприклад для повітря кінцевий тиск ізотермічного стиску повинен становити  $\sim 5 \cdot 10^{10}$  Па, що технічно нездійсненно. Тому на практиці температуру газу знижують поступово, використовуючи холодний газ попереднього циклу для попереднього охолодження нових вступників порцій газу. Це здійснюється в теплообмінниках – пристроях, що представляють собою систему трубопроводів, між якими створений гарний тепловий контакт [3-6]. Якщо через частину цих трубопроводів пропустити холодний газ, то теплий газ, що у цей час циркулює в решті трубопроводів, що залишилися, буде охолоджуватися. В основному використовуються два типи теплообмінників – противотоковий (або теплообмінник Лінде) і спіральний (або теплообмінник Хемпсона), розріз яких схематично представлений на рис. 3.5.

Умови теплообміну залежать від матеріалу й перетину трубопроводів, швидкості й характеру плин timer газного потоку, початкового й кінцевого тисків і є предметом окремого великого розділу прикладної термодинаміки. Варто помітити, що від ефективної роботи теплообмінників багато в чому залежить економічність і продуктивність газових зріджувачів.

## **4. Адіабатичне розмагнічування**

### **4.1. Розмагнічування парамагнітних солей**

Щонайнижча температура, якої можна досягти за допомогою відкачки пари  $\text{He}^4$ , дорівнює  $\approx 0,7$  К, а для більшості кріостатів нижчою практично

досяжною межею є температура 1 К. Для досягнення більш низьких температур необхідно використовувати зовсім іншу фізичну систему. Така система повинна задовольняти наступним вимогам: по-перше, ентропія такої системи повинна бути досить велика в області температур порядку 1 К, по-друге, ентропія повинна залежати від якого-небудь легко змінюваного параметра, відмінного від температури.

В 1926 році Джіок і Дебай запропонували використати як таку систему деякі парамагнітні солі [4, 8]. У солях, які використовуються для магнітного охолодження, енергія взаємодії парамагнітних іонів з іонами кристалічної решітки і один з одним мала в порівнянні із середньою тепловою енергією  $kT$ . Кожен іон відносно вільний, і утворюється система хаотично орієнтованих магнітних диполів, яку можна накладанням магнітного поля напруженістю кілька тесла орієнтувати, тобто перевести в упорядкований стан. Цей метод є широко прийнятим стандартним способом одержання наднизьких температур. Для магнітного охолодження практичний інтерес представляють тільки іони заліза і рідкоземельних елементів.

Принцип парамагнітного охолодження можна проілюструвати за допомогою ентропійної діаграми типової солі (рис. 4.1). При 1 К ентропія решітки  $S_L$  мала, і основний внесок в ентропію солі дають спіни електронів, які ще підкоряються закону Кюрі. Відхилення від цього закону спостерігаються лише при температурах 0,1 К або нижчих, де ентропія зменшується внаслідок спонтанного впорядкування електронних спінів, обумовленого взаємодією між ними. Крива  $S_0(T)$  (рис. 4.1) представляє ентропію системи при  $H = 0$ . Накладення сильного магнітного поля при температурах порядку 1 К приводить до орієнтації спінів, і цей процес упорядкування еквівалентний зниженню ентропії до деякого значення  $S_H$ . Намагнічування спінів, подібне до стиску газу, приводить до виділення



Рис.3.5. Схема теплообмінників Лінде і Хемпсона

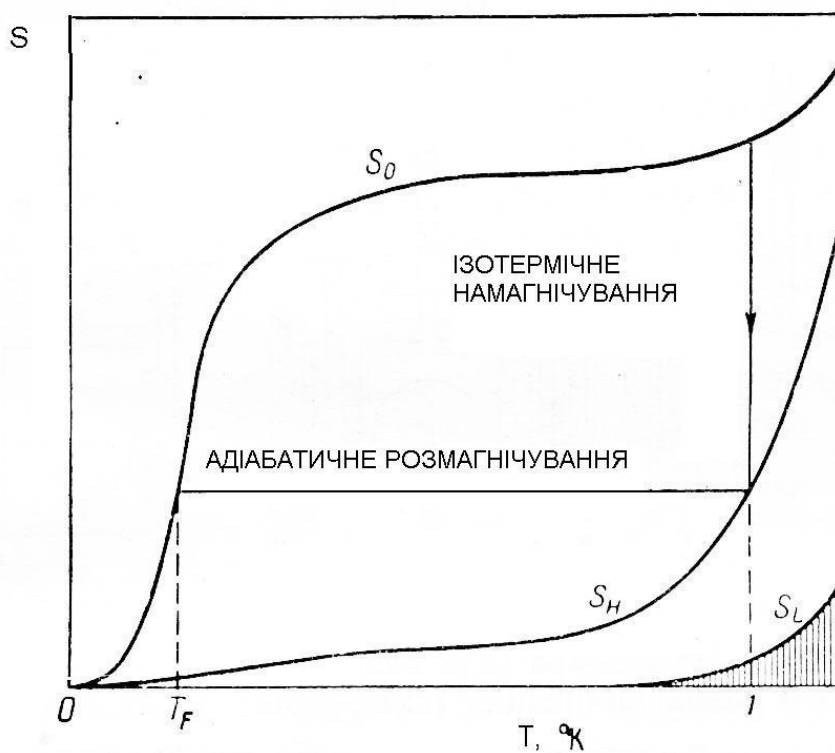


Рис.4.1. Ентропійна діаграма парамагнітної солі

тепла, яке необхідно відвести в навколишнє середовище, якщо процес протікає ізотермічно. З іншого боку, адіабатичне розмагнічування являє собою ізоентропійний процес. Якщо магнітне поле виключити, усунувши при цьому теплопідвід до солі, то сіль буде охолоджуватися, оскільки процес розорієнтування спінів буде протікати за рахунок зменшення внутрішньої енергії солі, тобто сіль буде охолоджуватись. Кінцева температура  $T_F$ , що при цьому буде досягнута, відповідає тій точці на  $S - T$  діаграмі, у якій ентропія в нульовому полі стає рівної значенню  $S_H$  при 1 K.

Практична реалізація експерименту наведена на рис. 4.2. Зразок солі монтується на підставці, що має низьку теплопровідність, усередині контейнера, який можна заповнювати теплообмінним газом (гелієм) або відкачувати на вакуум. Контейнер оточений рідким гелієм, що має температуру поблизу 1 K. При включенні магнітного поля теплота намагнічування, що виділяється в зразку, через теплообмінний газ виділяється у ванну рідкого гелію, у якій він ізотермічно випаровується (рис. 4.2,а). При цьому спіни в зразку виявляються орієнтованими уздовж поля при  $T = 1$  K. Після відводу всього тепла, яке виділилося при намагнічуванні, зразок солі теплоізолюють відкачкою теплообмінного газу з контейнера з (рис. 4.2,б). Після цього магнітне поле виключають і у результаті сіль охолоджується до наднизької температури (рис. 4.2,в). У процесі роботи необхідно звести до мінімуму паразитні теплопритоки до зразка шляхом випромінювання або за рахунок теплопровідності залишкового газу. Варто також ураховувати тепло, що виділяється усередині солі за рахунок механічних вібрацій підставки.

Як правило, зразки беруться у вигляді монокристалів або пігулок, спресованих з маленьких кристалітів за допомогою єднальної речовини. Кращою є еліпсоїдальна форма речовини, тому що в цьому випадку розмагнічувальний фактор, має найбільш простий вид. Коли потрібно



остудити за допомогою солі будь-яке тіло, то легше всього це зробити, запресував тіло усередину зразка.

Дуже низькі температури можна одержати за допомогою двоступінчастого охолодження. У цьому випадку два зразки солі (А і В, рис.4.3,а) з'єднані свинцевим дротом W, теплопровідність якого в нормальному стані набагато вища, ніж у надпровідному. Обидва зразки спочатку намагнічують звичайним способом, а потім зовнішній магніт повільно переміщають униз, так що сіль А охолоджується внаслідок розмагнічування, а сіль В, залишаючись у намагніченому стані, охолоджується за рахунок теплового контакту до тієї температури, до якої охолонула сіль В. Виключаючи магнітне поле, переводять W у надпровідний стан, при цьому тепловий контакт між А і В виявляється практично розірваним. Одночасно відбувається розмагнічування солі В. При використанні залізо-амонієвих квасців  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (А) і розчинених алюмо-калієвих квасців  $\text{CuK}_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (В) за допомогою магнітного поля 4Тл була досягнута температура 0,003 К. Для одержання такої ж температури за допомогою одноступінчастого розмагнічування потрібне було б поле напруженістю 15Тл.

Цей принцип покладений в основу безперервно діючої «магнітної холодильної машини», розробленої Доунтом зі співробітниками. У цій машині за допомогою магніту М (рис. 4.3,б) можна намагнічувати й розмагнічувати парамагнітну сіль А. Тепловий контакт із ванною рідкого гелію і з тепловим резервуаром R здійснюється через свинцеві дроти  $W_1$  і  $W_2$ . Роботою цих «теплових ключів» управляють за допомогою двох маленьких магнітів  $m_1$  й  $m_2$ . Машина працює в такий спосіб. Тепло, що виділяється при намагнічуванні солі А, приділяється до гелієвої ванни через ключ  $W_1$ , що у цей час перебуває в нормальному стані. Перед розмагнічуванням солі переводять у надпровідний стан ключ  $W_1$ , а після розмагнічування – у нормальний стан ключ  $W_2$ , внаслідок чого резервуар R

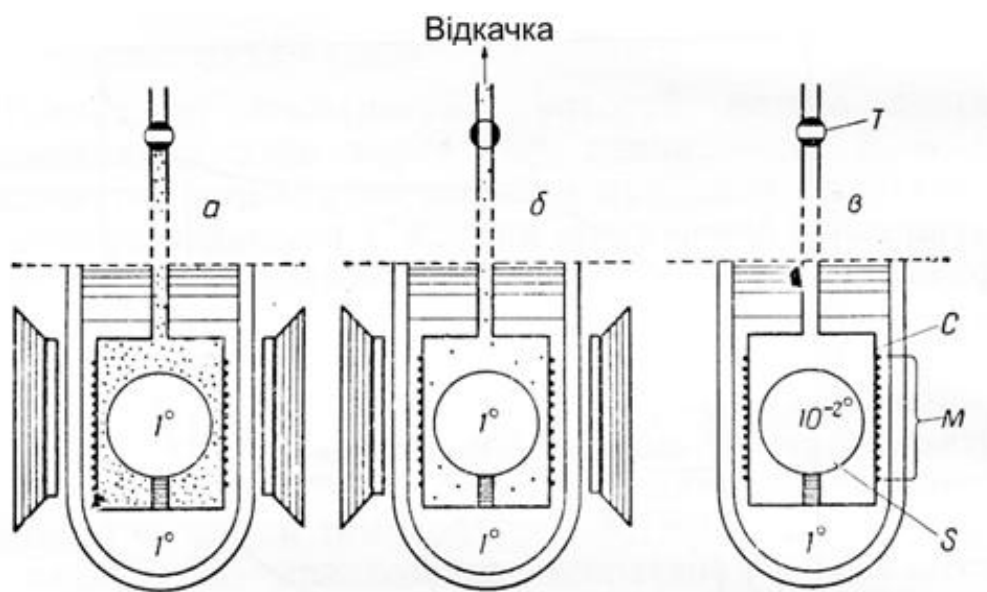


Рис.4.2. Практична реалізація процесу охолодження за допомогою парамагнітної солі: а) ізотермічне намагнічування; б) адіабатизація; в) адіабатичне розмагнічування

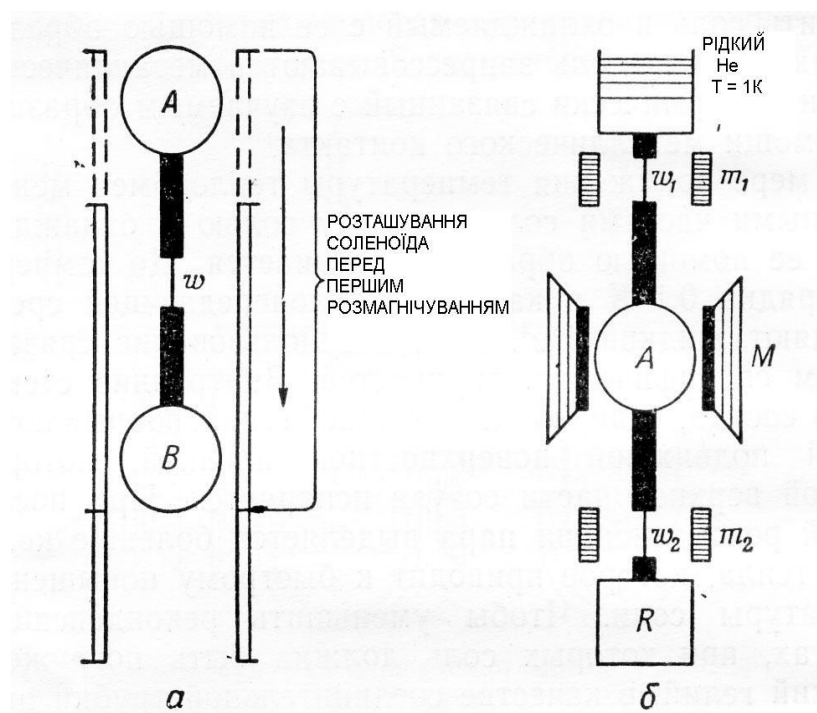


Рис.4.3. Парамагнітні холодильні цикли: а) двоступеневе охолодження; б) холодильна машина Доунта

охолоджується за рахунок солі А. Цикл роботи завершується, коли  $W_2$  знову переводять у надпровідний, а  $W_1$  у нормальний стан і роблять намагнічування солі. При послідовному повторенні циклів резервуар R поступово охолоджується доти, поки приплив зовнішнього тепла не стане компенсувати періодичний відвід тепла від солі А. У результаті резервуар R підтримується при постійній температурі близько 0,2 К.

#### **4.2. Ядерне розмагнічування**

Гортер і незалежно від нього Курті й Симон припустили, що можна зробити наступний крок у методі розмагнічування, а саме зробити ядерне охолодження, використовуючи схему, наведену на рис. 4.4. Якщо розмагнічуванням спінів електронів вдається одержувати температури порядку  $10^{-3}$  К, то за допомогою ядерного розмагнічування можна одержати температури порядку  $10^{-6}$  К, оскільки магнітні моменти ядер приблизно в тисячу разів менше магнітних моментів електронів. Однак у силу цієї ж обставини при 1 К потрібні були б поля близько  $10^4$  Тл (оскільки практично досяжні магнітні поля становлять  $10^2$  Тл, то для успішного ядерного розмагнічування необхідно, щоб на другій стадії розмагнічування початкова температура була порядку  $10^{-2}$  К). Цю температуру можна одержати шляхом одноступінчастого розмагнічування, але при таких температурах серйозною проблемою стає встановлення теплової рівноваги усередині солі А, а також між елементами А і В. Курті, Робінсон, Симон і Спор вперше здійснили ядерне охолодження, їм удалося досягти спінових температур порядку  $10^{-5}$  К. У цих дослідах в якості нижнього щабля використовувалася мідь, яка для зменшення струмів Фуко була взята у вигляді 1500 тонких дротиків. Верхні кінці цих дротиків були запресовані в блок солі А, внаслідок чого створювалася більша площа теплового контакту, а нижні кінці були зігнуті так, що в В створювався товстий пучок. Висока швидкість відігрівання

системи ядерних спінів була обумовлена теплопередачею між ядерними спінами, з одного боку, і вільними електронами і решіткою, з іншого.

## **5. Одержання наднизьких температур при розчиненні $\text{He}^3$ у надплинному гелії**

В 1951 році Лондон указав на можливість використання розчинів  $\text{He}^3$  –  $\text{He}^4$  для одержання низьких температур, а в 1962 році Лондон, Кларк і Мендоза запропонували конкретні схеми установок, в яких зниження температури повинне досягатися за рахунок переходу  $\text{He}^3$  з ненадплинної у надплинну фазу розчину, що розшарувався. Уперше зниження температури при такому переході в адіабатичних умовах було експериментально реалізоване Дасем, Уботером і Таконісом, які одержали температуру 0,22 К. У більш розроблених установках Неганов, Борисов і Лібург знизили температуру до 0,025 К, а Хол, Форд і Томсон – до 0,065 К [8, 9].

При подальшій розробці різних варіантів методу одержання низьких температур, що використовують розчини  $\text{He}^3$  –  $\text{He}^4$ , досягалися усе більш низькі температури, і в цей час мінімальна досяжна температура становить приблизно 0,005 К.

Описуваний метод одержання низьких температур у порівнянні з іншими методами має ряд переваг. Вони полягають у значній холодопродуктивності, у можливості стабілізації температури протягом багатьох годин, у можливості регулювання температури. При цьому досліджуваний зразок можна охолоджувати безпосередньо рідким гелієм без застосування спеціальних холодопроводів. Всі ці переваги значно розширюють можливості проведення різних досліджень при температурах порядку сотих і тисячних часток градуса поблизу абсолютного нуля.

### 5.1. Фізичні основи методу

Метод одержання низьких температур, що використовує розчини  $\text{He}^3$  –  $\text{He}^4$ , базується на тому, що ентальпія розчину, яка розраховується на один моль  $\text{He}^3$  у розчині  $W_3(x, T)$ , збільшується при зменшенні концентрації  $\text{He}^3$ . Із цієї причини процес розчинення при сталому тиску, коли концентрація розчину змінюється від  $x_i$  до  $x_f$ , а температура – від  $T_i$  до  $T_f$ , супроводжується поглинанням тепла, рівним

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 \Delta W_3 = \dot{n}_3 [W_3(x_f, T_f) - W_3(x_i, T_i)] \quad (5.1)$$

де  $\dot{n}_3$  – швидкість зміни вмісту  $\text{He}^3$  у розчині, виражена в моль·с<sup>-1</sup>, або циркуляція  $\text{He}^3$ . Якщо розчинення робити в адіабатичних умовах, то при цьому буде відбуватися зниження температури.

Розшарування розчину на багату  $\text{He}^3$  фазу (практично чистий  $\text{He}^3$  при досить низьких температурах) і слабкий розчин  $\text{He}^3$  у  $\text{He}^4$  дозволяє  $\text{He}^3$  робити перехід між розчинами, концентрації яких сильно відрізняються, що спричиняє більшу холодопродуктивність процесу. Якщо є об'єм, заповнений розчином, що розшарувався, то при видаленні  $\text{He}^3$  з нижньої фази, для того щоб збереглася рівновага, деяка кількість  $\text{He}^3$  повинна буде з верхньої фази перейти в нижню, що буде супроводжуватися поглинанням тепла, кількість якого в ізотермічних умовах визначиться рівнянням

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 [W_3(x_l, T) - W_3(x_u, T)] \mp T \dot{n}_3 [S_3(x_l) - S_3(x_u)] \quad (5.2)$$

де  $S_3(x_l)$  і  $S_3(x_u)$  – ентропія розчину з розрахунку на один моль  $\text{He}^3$  у розчині з концентрацією  $x_l$  (нижня фаза) і  $x_u$  (верхня фаза). Видалений з нижньої фази  $\text{He}^3$  можна подавати у верхню фазу й знову видаляти його з нижньої фази і т.д., реалізуючи у такий спосіб безперервний цикл.

Можливі наступні процеси:

1. Тільки що описаний процес, що називається безперервним розчиненням.

2. Видалення  $\text{He}^3$  з нижньої фази без вороття його у верхню, при цьому перехід  $\text{He}^3$  з однієї фази в іншу буде можливий доти, поки не зникне верхня фаза. Такий процес називається одноциклічним розчиненням.

3. Видалення  $\text{He}^3$  зі слабкоконтрованого розчину, у якому вміст  $\text{He}^3$  менший його граничної розчинності при 0 К ( $x_0 = 0,064$ ). Цей процес називається розбавленням.

Загальний опис методу одержання наднизьких температур проведемо на прикладі режиму безперервного розчинення, уперше запропонованого Лондоном, Кларком і Мендозою. На рис. 5.1 схематично зображені основні низькотемпературні вузли рефрижератора: камера розчинення М, основний низькотемпературний теплообмінник Н, випарник S, температура якого завдається рівною 0,6 К і в якому підтримується тиск  $\cong 5 \cdot 10^{-2}$  тор.

У стаціонарних умовах камера розчинення, що має температуру  $T_m$ , приблизно 0,01 К, заповнена розчином, що розшарувався, причому верхня фаза – практично чистий  $\text{He}^3$ , а нижня – розчин з вмістом  $\text{He}^3 \cong 6,4\%$ . Випарник, з'єднаний з нижньою частиною камери розчинення, заповнений слабкоконтрованим розчином  $\text{He}^3$ , причому оскільки його температура значно вище  $T_m$ , то концентрація розчину в ньому не збігається з концентрацією нижньої фази в камері розчинення (явище термоосмосу). Розрахунки показують, що концентрація  $\text{He}^3$  у розчині, що заповнює випарник, становить приблизно 1%.

Незважаючи на, здавалося б, низьку концентрацію  $\text{He}^3$  у рідині, концентрація  $\text{He}^3$  у парі, що заповнює випарник, при 0,6 К становить приблизно 95%. Із цієї причини при відкачці пари з випарника видаляється майже чистий  $\text{He}^3$ , що дозволяє вести процес безупинно.

До низькотемпературних частин рефрижератора ставляться також ванна С, заповнена  $\text{He}^4$ , яка має температуру 1,3 К, і дросель К. Цей дросель виготовляється таким, щоб падіння тиску на ньому при протіканні рідини зі швидкістю, обумовленою заданою величиною циркуляції  $\text{He}^3$ ,

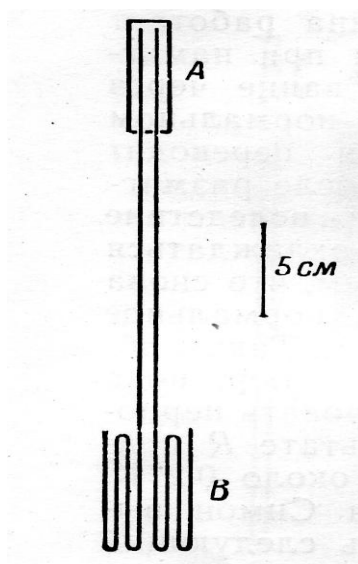


Рис.4.4. Схема ядерного розмагнічування: А – блок електронного спінового розмагнічування; В – блок електронного спінового розмагнічування

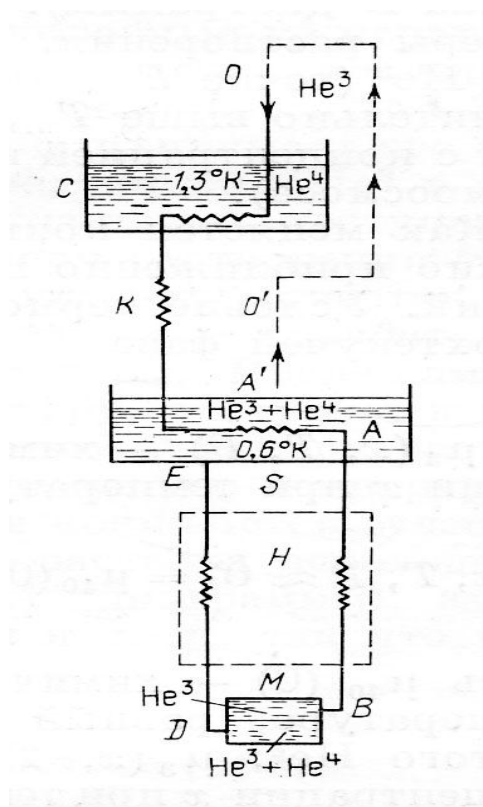


Рис.5.1. Схема рефрижератора розчинення  $He^3 - He^4$

перевершувало пружність пари  $\text{He}^3$  при 1,3 К. При цьому в теплообміннику Р буде відбуватися конденсація  $\text{He}^3$ .

При роботі рефрижератора відбувається наступне. Майже чистий газоподібний  $\text{He}^3$ , який відкачується з випарника, після проходження системи насосів охолоджується послідовно до 78 і 4,2К, конденсується, потім охолоджується до 1,3 К і надходить у теплообмінник випарника, де приймає його температуру. Рухаючись далі, рідкий  $\text{He}^3$  у низькотемпературному теплообміннику Н охолоджується і надходить у верхню фазу розчину, що заповнює камеру розчинення. Перехід  $\text{He}^3$  з верхньої фази в нижню супроводжується поглинанням тепла і в адіабатичному режимі приводить до зниження температури. Після камери розчинення  $\text{He}^3$ , що має низьку температуру, надходить у теплообмінник Н, де охолоджує потік, що входить у камеру розчинення, причому в міру просування до випарника температура  $\text{He}^3$  підвищується, а концентрація в розчині знижується. У випарнику  $\text{He}^3$  зі слабого рідкого розчину переходить у висококонцентровану пару, потім відкачується, охолоджується, конденсується і т.д., так що реалізується замкнений цикл.



## 6. Низькотемпературна термометрія

### 6.1. Температура і її вимір

Температура – єдиний параметр системи, однаковий для всіх її частин у стані термодинамічної рівноваги. Велика кількість явищ навколишнього світу так чи інакше пов'язана з температурою системи, у якій вони протікають, а залежність фізичних величин від температури є способом дослідження тих або інших процесів. Тому точне визначення температури є однією з основних завдань техніки низьких температур. Температура не адитивний параметр і не існує еталона температури. Визначають температуру шляхом установлення її зв'язку з тими або іншими параметрами системи, які доступні безпосередньому виміру. На підставі цього зв'язку шляхом домовленості вводять температурні шкали. Сам процес визначення температури зводиться до порівняння залежності якого-небудь параметра з аналогічною залежністю, умовно прийнятою за еталон [10, 11].

Величина, за допомогою якої визначається температура, називається термометричним параметром (властивістю), а тіло, у якому відбуваються ці виміри, – термометричним тілом.

Термометричний параметр повинний відповідати низці умов: бути монотонною (бажано лінійною), безперервною, однозначною й порівняно легко відтворюваною з достатньою точністю функцією температури. Нехай

$$y = f(\theta), \quad (6.1)$$

де  $y$  – термометричний параметр,  $\theta$  – узагальнена температура. Якщо функція лінійна, то  $dy = k d\theta$ , де  $k$  – коефіцієнт. Тоді

$$y = k \theta + C. \quad (6.2)$$

$C$  – деяка стала, обумовлена початковими умовами. Це рівняння повинне бути справедливим при кожній  $\theta$  у межах температурної шкали: у її початку  $y_0 = k \theta_0 + C$ , в одній точці градування  $y_1 = k \theta_1 + C$ , у другій точці градування  $y_2 = k \theta_2 + C$  і  $y_0 = k \theta_0 + C$  у будь-якій точці інтервалу  $\theta_2 \div \theta_1$ .

Вирішуючи спільно ці чотири рівняння і приписавши кожному значенню  $y_i$  відповідне  $\Theta_i$ , задане в експерименті, одержимо значення температурного коефіцієнта  $\alpha$  [10]:

$$\alpha_{\Theta} = \frac{1}{y} \frac{\Delta y}{\Delta \Theta}, \quad \alpha_1 = \frac{y_2 - y_1}{y_1 (\Theta_2 - \Theta_1)}. \quad (6.3)$$

Тоді

$$\Theta = \Theta_0 + \frac{1}{\alpha_1} \frac{y - y_0}{y_1}. \quad (6.4)$$

Історично першими були шкали, що використовували у якості термометричного тіла спирт, а як параметр – об'ємне розширення. Це шкали Фаренгейта, Реомюра й Цельсія. Однак з'ясувалося, що залежність  $V = f(T)$  для рідини нелінійна і більш підходящим термометричним тілом є ідеальний газ (або реальний газ при малих тисках), у яких відповідно до законів Гей-Люссака і Шарля

$$V_t = V_0 [1 + \alpha (t - t_0)] \text{ при } P = \text{const}, \quad (6.5)$$

$$P_t = P_0 [1 + \beta (t - t_0)] \text{ при } V = \text{const}, \quad (6.6)$$

де  $V_t$  – об'єм газу при температурі  $t$ ,  $V_0$  – при температурі  $t_0$ ,  $\alpha = \frac{1}{V} \left( \frac{dV}{dt} \right)_P$  – коефіцієнт термічного розширення ( $K^{-1}$ ) і  $\beta = \frac{1}{P} \left( \frac{dP}{dt} \right)_V$  – коефіцієнт термічної пружності. Для шкали, у якій  $t_0 = 0^\circ C$  (шкала Цельсія),

$$V_t = V_0 (1 + \alpha t) \quad \text{і} \quad P_t = P_0 (1 + \beta t). \quad (6.7)$$

Експерименти показали, що в області  $0 \div 100^\circ C$

$$\alpha = \beta = 1/273,15 \text{ K}^{-1} = 0,003661 \text{ K}^{-1}.$$

Друга реперна точка в шкалі Цельсія  $t_1 = 100^\circ C$ .

Після перетворень

$$V_t = V_0 (1 + \alpha t) = V_0 \alpha (\alpha^{-1} + t) = V_0 \alpha (273,15 + t). \quad (6.8)$$

Нехай  $273,15 + t = T$ , тоді  $V_t = V_0 \alpha T$  і  $P_t = P_0 \beta T$ . Звідси ми приходимо до поняття абсолютної температури. Тиск  $P_t = 0$  буде відповідати температурі  $t = -273,15^\circ\text{C}$  ( $T = 0\text{ K}$ ). Загалом кажучи, зв'язок між  $V$ ,  $P$  і  $t$  довільний, але для ідеального газу він лінійний і

$$\frac{P_{100^\circ\text{C}}}{P_{0^\circ\text{C}}} = \frac{V_{100^\circ\text{C}}}{V_{0^\circ\text{C}}} = 1,3661. \quad (6.9)$$

Однак, існує фундаментальне обґрунтування запропонованої температурної шкали – термодинамічне визначення температури. Воно засновано на теоремі Карно, яка стверджує, що коефіцієнт корисної дії ідеальної теплової машини

$$\eta = \frac{A}{Q_1} = \frac{Q_1 - Q_2}{Q_1} = 1 - \frac{Q_2}{Q_1} = 1 - \frac{T_2}{T_1}, \quad (6.10)$$

де  $A$  – робота циклу,  $Q_1$  – тепло, отримане робочим тілом при температурі  $T_1$ , а  $Q_2$  – тепло, що тіло віддає холодильнику при температурі  $T_2$ . Звідси Томсон в 1848 році запропонував поняття температури, що не залежить від властивостей термометра. Дійсно, величини, що входять в (6.10), визначаються експериментально і у принципі дозволяють визначити температурну шкалу. Температурна шкала, яка запропонована на вимірі ККД, називається термодинамічною. Оскільки  $\eta > 0$ , то завжди  $T > 0$ , тобто немає температури, меншої абсолютного нуля. Ідеальну теплову машину створити не можна, тому більш зручним є використання газових термометрів, заснованих на рівняннях стану ідеального газу. Покажемо, що такий термометр, заповнений ідеальним газом, задовольняє термодинамічному визначенню температури.

На рис. 6.1 наведений цикл Карно в координатах  $T$  - $S$  і  $P$  - $V$ , де  $S$  – ентропія.

Для ідеального газу  $PV = \frac{m}{\mu} RT$  і  $dQ = dU + PdV$ , де  $\mu$  – молярна маса,  $dU$  – зміна внутрішньої енергії,  $R$  – газова стала. Визначимо температури і теплоти в окремих процесах. Ділянка 1-2 (рис. 6.1) – ізотермічний процес. Робоче тіло одержує  $Q_1 = RT_1 \ln(V_2/V_1)$ , скільки потрібно для збереження сталої температури  $T_1$  (температури газового термометра). Ділянка 2-3 – адіабата.  $\Delta Q = 0$ ,  $T_2 < T_1$ . Ділянка 3-4 – ізотермічний процес, теплота стиску при температурі  $T_2$  передається холодильнику  $Q_2 = RT_2 \ln(V_3/V_4)$ . Ділянка 4-1 – адіабата.  $\Delta Q = 0$ . Оскільки для адіабати  $V_3/V_4 = V_2/V_1$ , одержуємо  $Q_2 / Q_1 = T_2 / T_1$ . Але те ж саме випливає із теореми Карно. Таким чином, з точністю до сталою множника термодинамічна температура відповідає температурі, визначеній за газовим термометром (множник можна вважати рівним 1).

Термометр, строго заснований на другому началі термодинаміки, практично неможливо зробити, тому виникає питання про створення практичних температурних шкал, можливо більш близьких до термодинамічної і порівняно простих у реалізації.

Це передбачає наступні етапи:

1. Створення первинного приладу, який відтворює температуру, близьку до термодинамічної.
2. Реалізація реперних точок для побудови шкали.
3. Створення вторинних термометрів і методів їх градуювання.

Звичайно ці етапи виконуються в різних країнах різними методами, а потім на основі домовленості створюються Міжнародні практичні шкали. Область температур 300 - 120 К прийнято називати холодильними, нижче 120 К – кріогенними. Температури нижче 90 К прийнято називати низькими, область 1 - 5 К – гелієвими, область, нижчу 1 К, – наднизькими температурами.

Первинні термометри. Найбільш зручним методом побудови шкали температур, близької до термодинамічної, є використання газового термометра на основі рівняння ідеального газу. Ми бачили, що температура, яка визначена процесами в такому газі, близька до термодинамічної. Існує три основні різновиди газових термометрів: сталого об'єму, сталого тиску і сталої температури.

1. Термометр сталого об'єму. Якщо побудувати пристрій (рис. 6.2), то тиск у відомому постійному об'ємі  $V_d$  буде залежати від температури як  $T = T_0 (P / P_0)$ , тиск може бути виміряний яким-небудь манометром.

2. Термометр сталого тиску. У цьому пристрої (рис. 6.3) установку доповнює допоміжний об'єм  $V_d$ . У процесі виміру температури збільшують допоміжний об'єм  $V_d$  так, щоб тиск у системі залишався сталим (підтримувати сталий тиск простіше, ніж вимірювати його в широкому інтервалі). При цьому для  $T > T_0$   $V_d T_0 = (V_d - V_{\text{вим}})T$ , звідки  $T = V_d T_0 / (V_d + V_{\text{вим}})$ , що треба для збереження кількості газу в термометрі (температура допоміжного об'єму  $V_d$  підтримується рівною  $T_0$ ).

3. Подальшим удосконаленням газового термометра є метод підтримки сталої температури всієї вимірювальної частини установки, у тому числі й манометра (рис. 6.4). При сталій температурі термостата  $T_0$  газ займає об'єм  $V_d$ . При нагріванні від  $T_0$  до  $T$  об'єму  $V_d$  ми можемо зберегти незмінними показання диференціального манометра, додавши допоміжний об'єм  $V$  і змінивши ще один допоміжний об'єм  $V_1$  до  $V_2$ . Тоді на підставі умови збереження кількості газу в термометрі  $\frac{P_0 V_d}{RT_0} = \frac{PV_d}{RT} + \frac{PV}{RT_0}$  за умови  $PV_2 = P_0 V_1$  при  $T_0 = \text{const}$ . Звідси  $T = T_0 \frac{V_2}{V} \left( \frac{V_2}{V_1} - 1 \right)$ .

В області низьких температур найбільшу чутливість має термометр сталого об'єму.

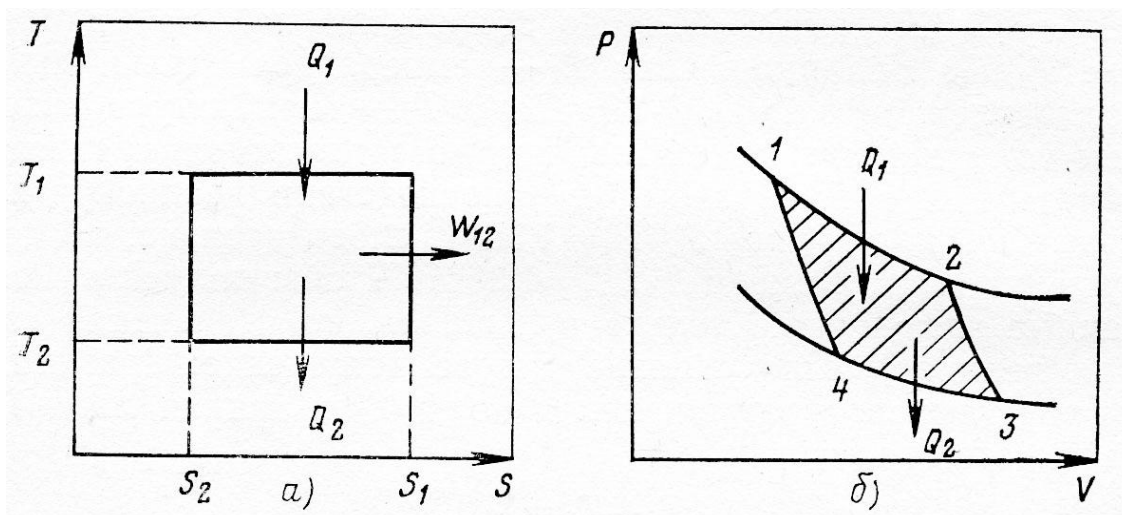


Рис.6.1. Цикл Карно в координатах  $T$ - $S$  (а) і  $P$ - $V$  (б)

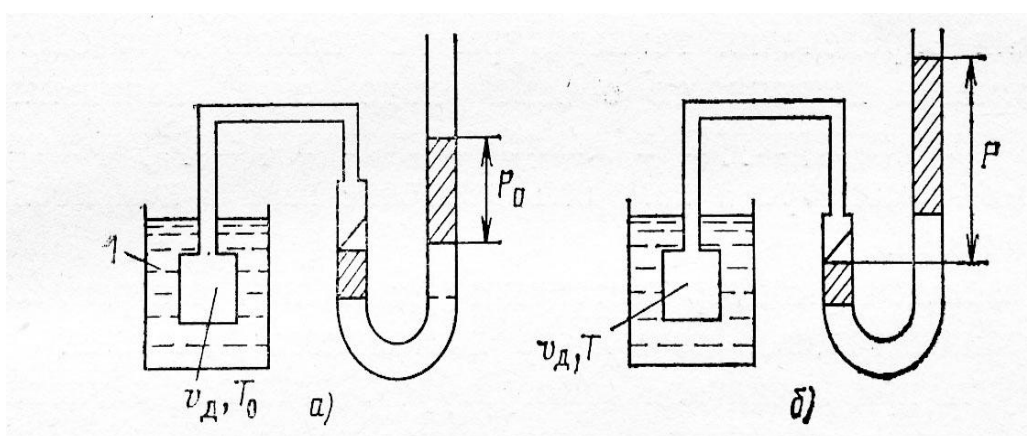


Рис.6.2. Газовий термометр сталого об'єму

Конкретні конструкції таких термометрів з метою усунення метрологічних похибок являють собою досить складні конструкції, детальний опис яких наведений в [10, 11]. Ці термометри і є основою для відтворення національних температурних шкал у різних країнах. Основним вузлом газового термометра сталого об'єму є високоточний ртутний диференціальний манометр з точністю відліку  $\pm 0,025$  мм. До недоліків газових термометрів варто віднести принципові відхилення від дійсної термодинамічної температури, пов'язані з відхиленням реального газу від ідеального й необхідністю ретельного обліку віріальних коефіцієнтів у рівнянні Ван-дер-Ваальса.

Акустична термометрія використовує засновану на термодинаміці залежність швидкості звуку від температури

$$v_{\text{зв}} = \sqrt{1/(\beta_{\text{ад}}\rho)} = \sqrt{\gamma/(\beta_{\text{із}}\rho)}, \quad (6.11)$$

де  $\beta_{\text{ад}}$ ,  $\beta_{\text{із}}$  - коефіцієнти адіабатичної і ізотермічної стисливості,  $\rho$  - щільність,  $\gamma = C_p/C_v$ ,  $C_p$  і  $C_v$  - теплоємності газу при  $P = \text{const}$  і  $V = \text{const}$ .

Оскільки  $\beta_{\text{із}} = -\frac{1}{V}(\frac{dV}{dP})_T$  і  $\rho = M/V$ , то  $v_{\text{зв}}^2 = -\gamma(\frac{dP}{dV})_T \frac{V^2}{M}$ ; для ідеального

газу  $(\frac{dP}{dV})_T = -\frac{RT}{V^2}$ . Звідси  $v_{\text{зв}} = \sqrt{\gamma RT/M}$ ;  $M$  - молярна маса. Температурну

залежність швидкості звуку можна визначити луна-імпульсним методом.

При цьому швидкість звуку  $v_{\text{зв}}$  при температурі  $T_0$  буде  $v_{\text{зв}}^0 = \frac{L}{\tau_0}$ , де  $L$  -

довжина шляху, яку проходить звук,  $\tau$  - час поширення імпульсу сигналу.

При температурі  $T_x$   $v_{\text{зв}}^x = \frac{L}{\tau_x}$ , звідки  $T_x = T_0(\frac{\tau_0}{\tau_x})^2$ . Другим методом є

спостереження стоячих хвиль в акустичному резонаторі. Оскільки  $v_{\text{зв}} = \lambda f$ , де  $f$  - частота звуку,  $\lambda$  - довжина стоячої хвилі, то умова збереження інтерференційної картини у звуковій хвилі при зміні температури буде

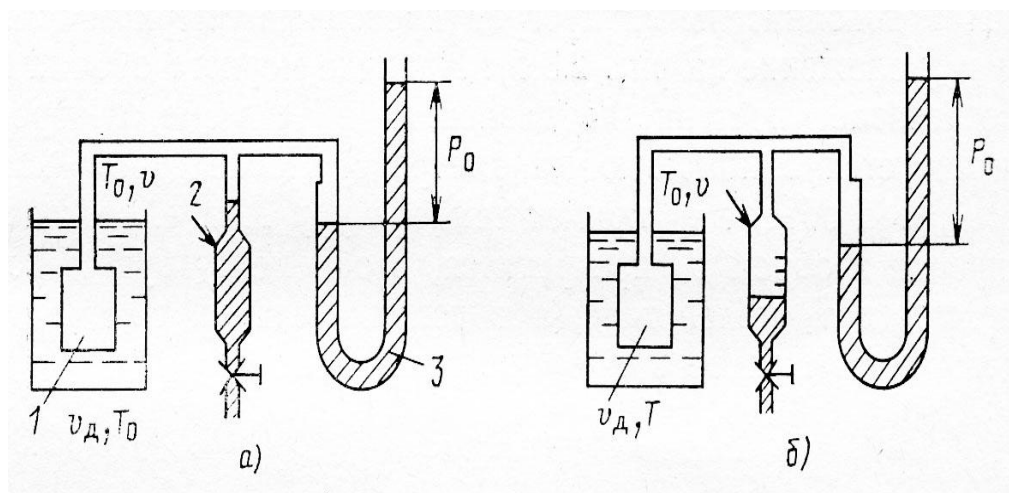


Рис.6.3. Газовий термометр сталого тиску

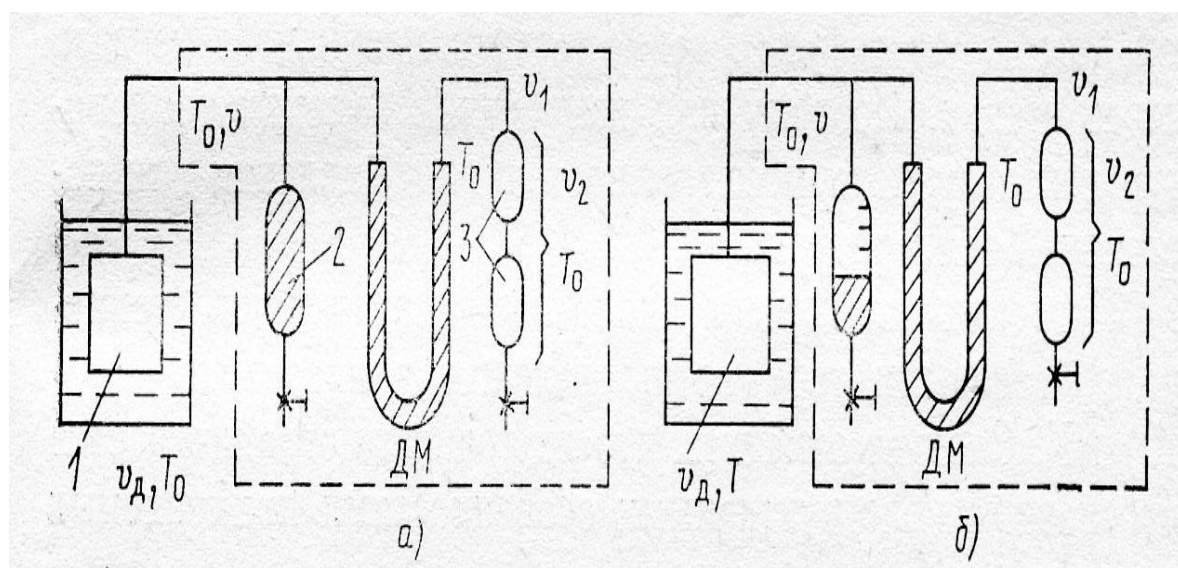


Рис.6.4. Газовий термометр сталої температури



$T_x = T_0 \left( \frac{V_x}{V_0} \right)^2$ . Точність визначення температури акустичним методом в

основному визначається точністю визначення  $L$ .

Шумова термометрія заснована на відомій формулі Найквіста

$$\overline{u^2} = 4kRT\Delta f, \quad (6.12)$$

де  $\overline{u^2}$  – середньоквадратичне значення шумів,  $k$  – константа Больцмана,  $R$  – шумовий опір,  $\Delta f$  – смуга частот, у якій здійснюються виміри. Для двох температур при однаковому значенні шуму  $R_1 T_1 = R_2 T_2$ . Термометр вимагає застосування малошумлячих підсилювачів і радіочастотних схем. Конкретні конструкції шумових термометрів в якості вимірника напруги використовують СКВІДи. Для підвищення точності використовується усереднення, оскільки  $\frac{\Delta T}{T} = \sqrt{\frac{\lambda}{n}}$ , де  $n$  – кількість відліків.

В області наднизьких температур часто використовують для побудови температурних шкал магнітну термометрію. Відомо, що магнітна сприйнятливість парамагнітних солей дотримується закону Кюрі  $\chi = C/T^*$ , де  $C$  – деяка константа, що визначається з експерименту,  $T^*$  – магнітна температура. Звичайно

$$T^* = \frac{T}{\gamma} + Q \frac{\tau_2}{9} \frac{\chi}{T}. \quad (6.13)$$

Для ряду солей внесок  $Q \frac{\tau_2}{9} \frac{\chi}{T}$  обумовлений взаємодією магнітних іонів досить малий, тому  $\gamma \rightarrow 1$  і  $T \approx T^*$ .

## 6.2 Міжнародні температурні шкали

Уперше міжнародна шкала температур була прийнята в 1927 році. Температура по МТШ–27 позначалася символом  $t^\circ\text{C}$  й охоплювала інтервал – 182,97°C ÷ 1063°C. Шкала була заснована на добре відтворюваних

температурних точках фазових рівноваг – реперних точках, яким були приписані певні значення. Співвідношення між реперними точками відтворювалися платиновим термометром і газовим термометром.

До 1948 року були знайдені помилки у визначенні температур деяких точок, замість формули Віна була використана формула Планка. В 1960 році в МТШ-48 основна реперна точка плавлення льоду була замінена на потрібну точку води, тобто стала дорівнювати 273,16 К. Після деяких уточнень шкала стала називатися МПТШ - 48 (практична). Помилки, що залишилися, вимагали уточнення, і основні роботи були спрямовані в область низьких температур. Роботи були закінчені в 1968 році й була прийнята шкала МПТШ - 68. Вона була продовжена до 13,81К. У такий спосіб за домовленістю

$$t_{68} = T_{68} - 273.15K . \quad (6.14)$$

МПТШ - 68 заснована на ряді відтворених рівноважних станів, яким приписані певні розподіли температур – основних реперних точок і еталонних приладів, градуйованих при цих температурах.

Таблиця 6.1

**Реперні точки МПТШ - 68**

Стани фазових рівноваг	Прийняте значення	
	$T_{68}, K$	$T_{68}, ^\circ C$
Потрійна точка рівноважного водню	13,81	-259,84
Між рідкою та паровою фазами рівноважного водню при тиску 33330,6 Па	17,042	-265,108
Точка кипіння рівноважного водню	20,28	-252,87
Точка кипіння неону	27,102	-246,048

Потрійна точка кисню	54,361	-218,789
Потрійна точка аргону	83,798	-189,352
Точка роси кисню	90,188	-182,962
Потрійна точка води	273,16	0,01
Точка кипіння води	373,15	100

Для одержання точних значень температур реперних точок використовують прецизійні конденсаційні термометри і термостатовані газові термометри. Для підвищення точності враховується вплив гідростатичного тиску рідини в посудині Дюара на температуру. Стабілізація тиску звичайно здійснюється ємнісними диференціальними манометрами.

Основними реперними точками МПТШ - 68 є температура потрійної точки і температура кипіння води. Потрійна точка звичайно реалізується у спеціальному кріостаті за допомогою води зі складом, близьким до ізотропного складу океанічної води. Схема кріостата наведена на рис. 6.5.

Заморожування і часткове відтавання внутрішньої крижаної шуби здійснюється зсередини крізь канал термометра. У такій посудині вдається підтримувати температуру з точністю  $\pm 1 \cdot 10^{-4} \text{K}$  протягом декількох діб.

Точка кипіння води реалізується шляхом занурення термометра у насичену пару води в спеціальному кип'ятильнику. Типова схема наведена на рис. 6.6. Температура кипіння води, як функція тиску, в інтервалі  $99,9 \div 100,1^\circ \text{C}$  описується рівнянням

$$f_{68} = \left[ 100 + 28.0216 \left( \frac{P}{P_0} - 1 \right) - 11.642 \left( \frac{P}{P_0} - 1 \right)^2 + 7.1 \left( \frac{P}{P_0} - 1 \right)^3 \right], \quad (6.15)$$

де  $P_0 = 101325 \text{Па}$ , похибка температури  $\pm 1 \cdot 10^{-4} \text{K}$ . Принцип реалізації реперних точок в області низьких температур аналогічний водяним реперним точкам. Приймаються певні міри для

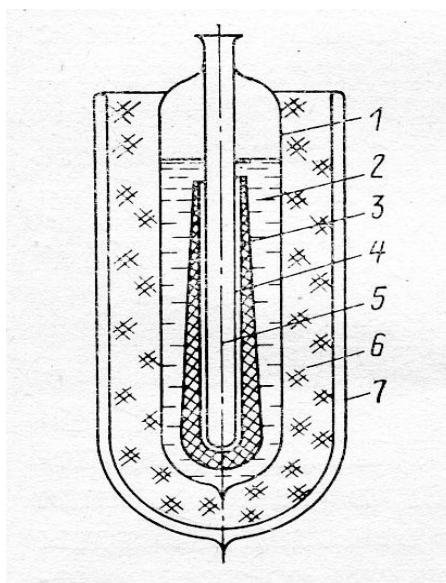


Рис.6.5. Кріостат для відтворення потрійної точки води: 1 – колба; 2 – вода; 3 – льод; 4 – ампула з термометром; 5 – термометр; 6 – льод; 7 – посудина Дюара

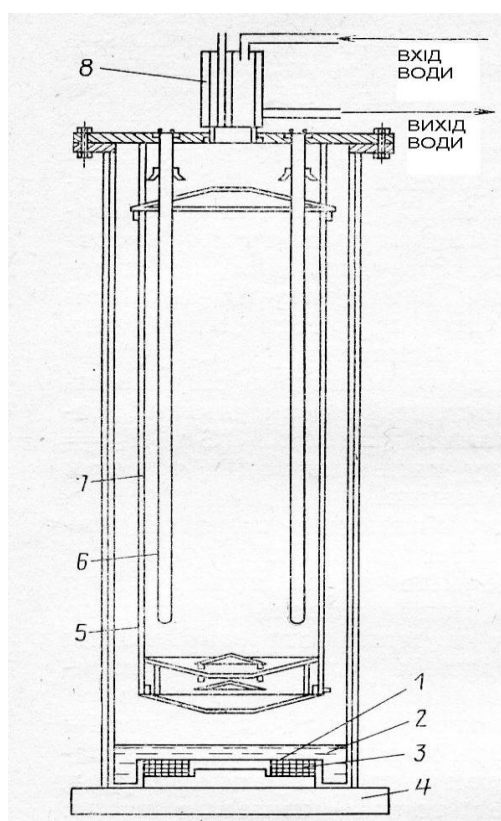


Рис.6.6. Термостат для реалізації точки кипіння води: 1 – нагрівач; 2 – вода; 3 – корпус нагрівача; 5 – корпус; 6 – ампули з термометрами; 7– екран; 8 – патрубок маностата

очищення газів, а також водневі потоки установки забезпечуються системою орто-пара конверсії. Дуже високі вимоги пред'являються до якості посудин Дюара й конструкції камери з рідким воднем. Теплові потоки в рідині повинні бути повністю усунуті. Наступним важливим етапом МПТШ є еталонні термометри, що зберігають значення температур у вигляді функції термометричного параметра. В області  $13,81 \div 630 \text{ K}$  це платиновий термометр опору. Відносний опір струму термометра

$$W_{68} = \frac{R_{373.15 \text{ K}}}{R_{273.15 \text{ K}}} \geq 1.39250. \quad (6.16)$$

Термометр являє собою мініатюрну ампулу (рис. 6.7), у якій біфілярно намотана спіраль із платинового дроту опором  $R_{273.15} \approx 100 \text{ Ом}$ . Ампула герметизована і заповнена сухим гелієм. Опір вимірюється чотирьохконтактним методом. Стабільність термометра  $\approx 1 \cdot 10^{-3} \text{ K}$  у температурному еквіваленті за час, не менший 1 години.

Для користувачів МПТШ – 68 реалізується у вигляді таблиці  $W(T)$  деякого умовного термометра. Конкретні екземпляри еталонних термометрів забезпечуються таблицями виправлень  $\Delta W(T)$  до умовного термометра.

$$W(T_{68}) = W_{\text{ст}68}(T_{68}) + \Delta W_i(T_{68}), \quad (6.17)$$

де  $W_{\text{ст}}$  – стандартна таблиця,  $\Delta W_i$  – виправлення для конкретного екземпляра термометра. Стандартна таблиця звичайно приводиться з інтервалом  $1 \text{ K}$ , проміжні точки можна отримати лінійною інтерполяцією або інтерполяцією поліномами з необхідною точністю. У загальному випадку для обчислення виправлення кривої в інтервалі  $13,81 - 630 \text{ K}$  потрібно вісім реперних точок, і розрахунок на ЕОМ у чотирьох температурних діапазонах поліномами третього ступеня за величинами  $W$  і  $dW/dT$ . Подальше дослідження МПТШ – 68 і інтенсивне використання діапазону температур нижче  $13,81 \text{ K}$  зажадало розширення температурної

шкали в область низьких температур. Такою шкалою є попередня температурна шкала ПТШ – 76. Це термодинамічно гладка шкала, яка безперервно переходить при  $\approx 27\text{K}$  у МПТШ – 68. Для неї узаконені 11 реперних точок. В інтервалі  $0,5\div 30\text{K}$  це температури фазових перетворень у твердому тілі – надпровідних переходів [10].

Як інтерполяційні прилади ПТШ - 76 використовують газовий (гелієвий) і магнітний термометри. Узгодження ПТШ - 76 із МПТШ - 68 реалізується за допомогою таблиць виправлень. Точність ПТШ - 76 при  $27\text{K}$  оцінюється в  $\pm 3\text{mK}$ , при  $T=0,5\text{K}$  близько  $1\text{ mK}$ .

### **6.3 Кріогенні термометри**

На рис. 6.8 наведена діаграма температурних діапазонів термометрів, які найбільш часто використовуються в кріогенних лабораторіях. Вибір типу термометра визначається конкретним завданням дослідження, однак використання електричних термометрів полегшує автоматизацію вимірів. Завжди варто користуватися промисловими термометрами, саморобні термопари обов'язково вимагають додаткового градуювання за еталонним термометром.

#### **6.3.1. Конденсаційні термометри**

У цих термометрах використовують тиск насичених парів і вимірюють температуру тільки до критичної точки (рис. 6.9). Вони мають потребу в градуїровці, тільки так можна скористатися готовими таблицями тиску насичених парів. Найбільш простий спосіб – вимір тиску над поверхнею кріогенної рідини використовується в області низьких температур  $T < 4,2\text{ K}$  при роботі з рідким гелієм. При температурах вище  $4,2\text{ K}$  потрібна апаратура, яка вимірює тиск вище атмосферного, що ускладнює цей метод. Для інших газів метод ускладнюється через урахування теплопровідності рідини, а у випадку водню з орто-пара конверсією

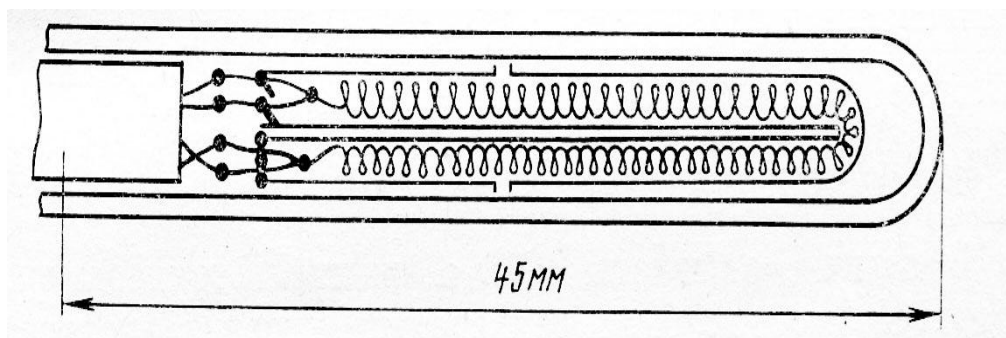


Рис.6.7. Схематичне зображення платинового термометра опору

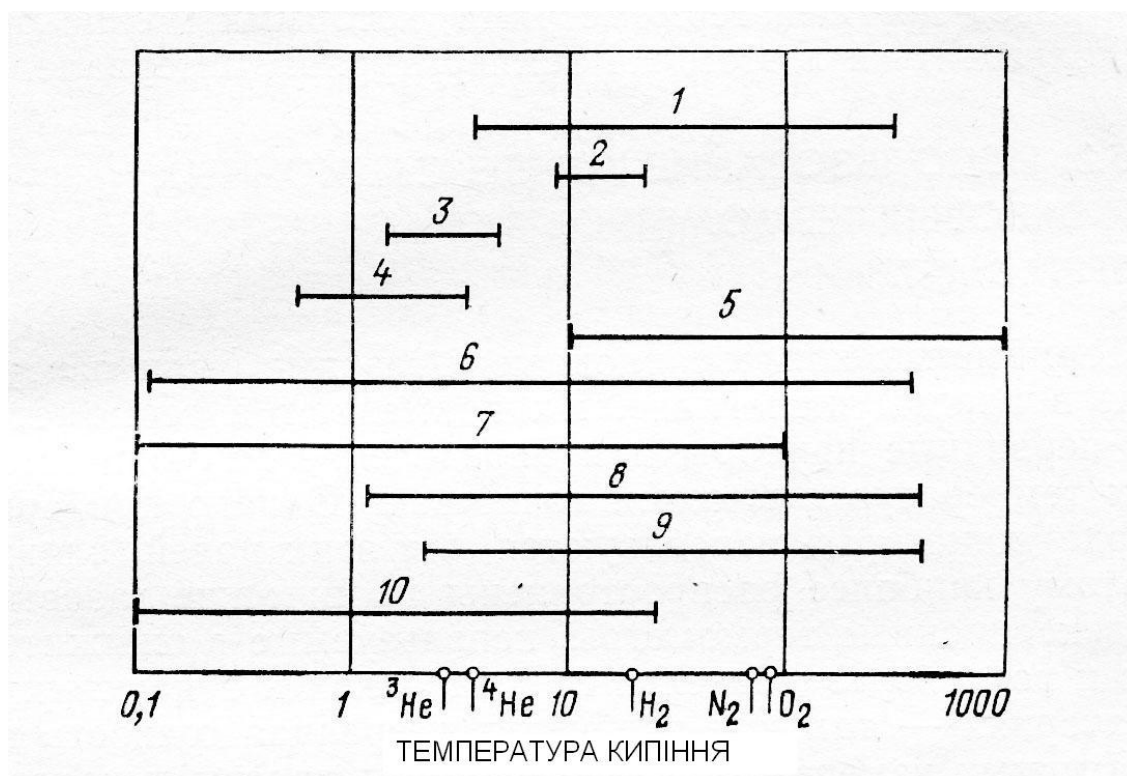


Рис.6.8. Діаграма застосування різних типів термометрів: 1– газовий з  $He^4$  ; 2 – конденсаційний з  $H_2$  ; 3, 4 – конденсаційні з  $He^4$  і  $He^3$  ; 5 – електроопору металеві; 6 – вуглецеві; 7 – електроопору напівпровідникові; 8 – напівпровідникові бар'єрні; 9 – термопари; 10 – парамагнітні

### 6.3.2. Газовий термометр

На відмінність від еталонних, лабораторні газові термометри являють собою досить прості конструкції (рис. 6.10). Тиск робочого газу (гелію) визначається стрілочним механічним вакууметром. Для газового термометра вимірювана температура буде

$$T = \alpha T_k \frac{P}{(\beta T_k - P)}, \quad (6.18)$$

де  $\alpha = \frac{v_P}{v_M}$  і  $\beta = \frac{nR}{v_M}$ ,  $v_P$  – об'єм резервуара,  $v_M$  – об'єм манометра і капіляра,  $T_k$  – кімнатна температура,  $n$  – кількість газу (молярна). Коефіцієнти  $\alpha$  і  $\beta$  визначають із експерименту.

Основний недолік цього термометра – громіздкість і необхідність урахування виправлень, неідеальність газу, термічне розширення конструкції.

### 6.3.3. Термометри електричного опору з металів

Метал повинний мати наступні властивості [12]:

- 1) Великий і сталий коефіцієнт  $\frac{d\rho}{dt}$  у необхідному інтервалі температур.
- 2) Досить велике  $\rho$ .
- 3) Гарні механічні властивості
- 4) Забезпечувати відтворюваність (хімічна стійкість).

Із усіх металів перерахованим умовам у достатньому ступені задовольняють три метали: платина і в меншому ступені мідь, нікель. Згідно з правилом Матісена  $\rho = \rho_0 + \rho(T)$  для гарного термометра,  $\rho_0$  – залишковий питомий опір. Залежність  $\rho(T)$  вище  $T = \frac{1}{3} \Theta_D$  практично лінійна, нижче  $T = \frac{1}{3} \Theta_D$   $\rho(T) \approx T^n$ ,  $\Theta_D$  – температура Дебая,  $n \approx 3 \div 5$ . За сукупністю всіх властивостей



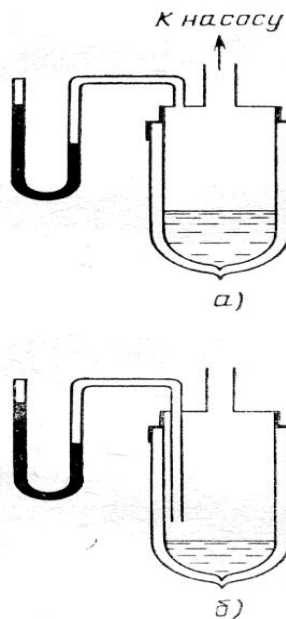


Рис.6.9. Термометрія за визначенням пружності пари: а) і б) – варіанти з'єднання манометра з кріостатом

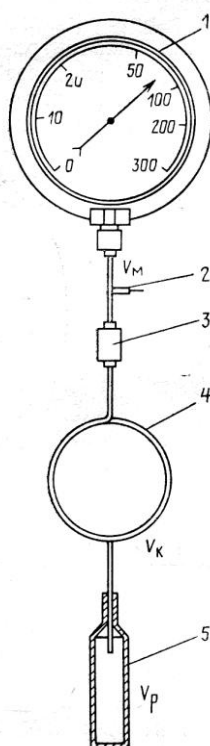


Рис.6.10. Практичний газовий термометр: 1 – манометр Бурдона; 2 – відкачка; 3 – допоміжний об'єм; 4 – з'єднувальний патрубок; 5 – робочий об'єм

найкращим матеріалом є дріт, виготовлений з платини хімічної чистоти 99,999%, з відношенням опору  $W = R_{100^{\circ}\text{C}} / R_{0^{\circ}\text{C}} \geq 1.3925$ . Конструктивно термометр – це відрізок дроту опором 50 або 100 Ом у вакуумованій гільзі на скляному каркасі (рис. 6.9). Гільза із дротом піддається відпалу і після заповнення теплообмінним газом вакуумується. Детальні термометричні дані платинових термометрів типу ТСПН приводяться в докладній супровідній документації. У паспорті дається стандартна таблиця  $W_{\text{ст68}}(T_{68})$  і виправлення до стандартної таблиці  $\Delta W_T$ , тобто  $W_{\text{ст68}}(T_{68}) = W_T - \Delta W_T$  (виправлення обчислюється алгебраїчно). Більш докладно методика градуювання буде вивчатися при виконанні лабораторної роботи на практикумі з фізики низьких температур.

Аналогічна методика градуювання може бути застосована до саморобних термометрів з мідного дроту. В області температур  $T < 20$  К, де чутливість термометрів із чистих металів стає дуже низькою, можна використати термометри із дротів на основі сплаву родій – залізо ( $\text{Rh}+0.5\%\text{Fe}$ ). Технологія виготовлення мікродротів із цього сплаву досить складна, однак такі термометри показують гарні результати аж до температур  $\sim 0,05$  К.

#### ***6.3.4. Неметалічні термометри опору. Вуглецеві термометри***

Температурна залежність електроопору вуглецевих термометрів подібна напівпровідниковій і визначається властивостями міжзеренних границь. Відомі два способи одержання вуглецевих термометрів. У склоуглеродних термометрах робочий матеріал виготовлений на основі пористого бромсілікатного скла, насиченого вуглецем. У композиційних вуглецевих термометрах робочий елемент виготовлений на основі пресованого графітового порошку з полімером у якості зв'язуючого. Після

термічної обробки (спікання під тиском) і запресовування струмопідводів термометри мають конструкцію представлену на рис. 6.12. Термостабільність і відтворюваність залежності  $R(T)$  визначається в основному режимом термообробки і становить  $\sim 0,1\%$  в інтервалі  $2\div 20\text{K}$ . Температурна залежність вуглецевих термометрів описується емпіричними інтерполяційними рівняннями, наприклад

$$\log R = C / \log R = A + B/T, \quad (6.19)$$

де сталі  $A, B, C$  знаходять у процесі градуювання. У країнах СНД широко поширені вуглецеві термометри типу ТСУ, що випускаються серійно. Кожен термометр супроводжується градуювальними залежностями. За умови попереднього градуювання для низькотемпературного термометра можуть бути використані радіотехнічні резистори на основі вуглецевих композитних матеріалів, зокрема резистори ТВО.

### ***6.3.5. Напівпровідникові термометри опору***

Найпоширенішим типом низькотемпературних термометрів є термометри з чутливими елементами на основі напівпровідникових матеріалів. Чутливим елементом є монокристал германія, легований домішками різної концентрації для розширення області робочих температур. Конструкція більшості термометрів представлена на рис. 6.13. Поступова зміна енергії активації домішок у кращих екземплярах дозволяє перекрити діапазон  $1\div 300\text{ K}$ . Залежність  $R(T)$  має вигляд

$$R = Ae^{-\beta/T}, \quad (6.20)$$

де  $A$  і  $\beta$  можуть бути визначені при градуюванні. При підвищенні точності градуювання використовують поліноми, сконструйовані на базі співвідношення

$$\log R = \sum_{i=0}^n A_i (\log T)^i. \quad (6.21)$$

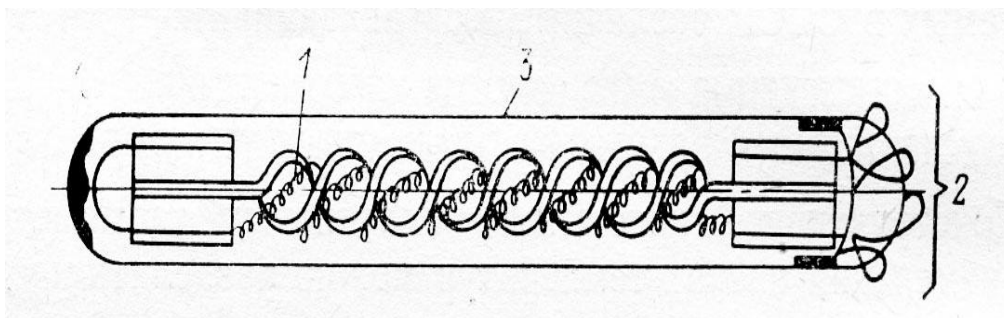


Рис.6.11. Платиновий термометр опору типу ТСПН – 1: 1 – платиновий дріт;  
2 – електричні підводи; 3 – корпус

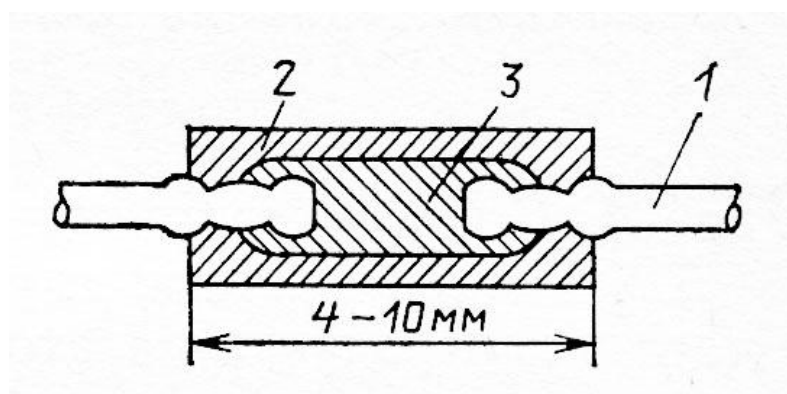


Рис.6.12. Конструкція вуглецевого термометра опору: 1 – електричні підводи; 2 – корпус; 3 – чутливий вуглецевий елемент

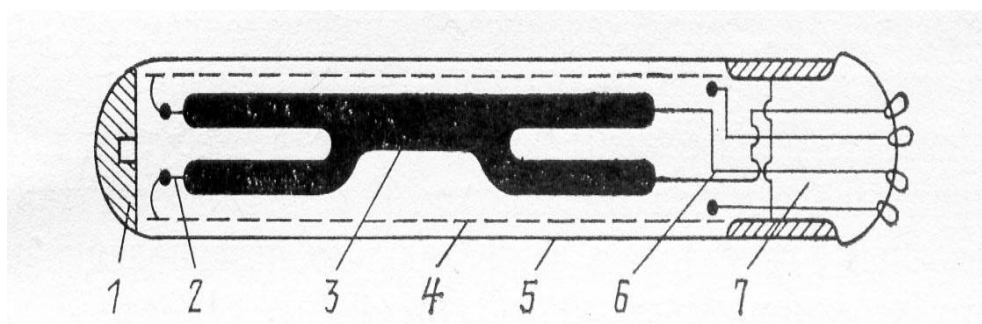


Рис.6.13. Конструкція германієвого термометра опору типу ТСГ -1: 1 – корпус; 2 – контакти; 3 – чутливий елемент; 4 – ізолятор; 5 – гільза; 6 – електричні підводи; 7 – герметизуючий ізолятор

Асортимент таких термометрів як вітчизняного, так і закордонного виробництва досить великий. Всі термометри мають градуировочні таблиці і детальний опис режимів виміру температури.

Як термометричний параметр іноді використовують температурні залежності прямого й зворотного падіння напруги германієвих діодів, а також базових переходів германієвих і кремнієвих транзисторів.

#### ***6.3.6. Ємнісні термометри***

Їх дія заснована на залежності ємності деяких сегнетоелектричних конденсаторів від температури. Зокрема конденсатори КМ - 4А придатні для температур в області 2÷300 К. Основною перевагою таких термометрів є практично повна відсутність залежності ємності від магнітного поля, що дозволяє використовувати їх при вимірі у надсильних магнітних полях.

Порівняльні характеристики терморезистивних термометрів наведені на рис. 6.14.

Платинові й германієві термометри мають високу стабільність, але піддані впливу магнітного поля. У вуглецевих термометрів відтворюваність гірша, але на їхню роботу магнітне поле практично не впливає.

#### ***6.3.7. Термопарні термометри***

Дуже широке застосування в техніці виміру температур знаходять термоелектричні термометри (термопари). В основі їхньої роботи лежить залежність термоелектрорушійної сили від температури. ТЕРС обумовлена декількома факторами. Якщо в металі існує різниця температур, то енергія електронів у більш гарячій області вище, відповідно виникає потік електронів з гарячої області в холодну і накопичення від'ємного заряду в

холодній області. Додатковий внесок дає захоплення електронів фононами, які генеруються в гарячій області більш інтенсивно. Варто також урахувати виникаючу на стику двох різних металів контактну різницю потенціалів. Перші два основні внески приводять до ефекту Зеебека – виникнення ТЕРС у колі двох різних металів А і В при наявності різниці температур  $T_2 - T_1$ , як показано на рис. 6.15.

ТЕРС виникає в ізольованому провіднику, кінці якого перебувають при різних температурах. Однак для її виміру потрібне замкнуте коло, тобто хоча б ще один провідник. Тому завжди розглядають термопару (електричне коло із двох провідників).

В однорідному замкнутому ланцюзі із двох провідників при наявності різниці (градієнта) температур ТЕРС не виникає.

$$E_{AA}(T_1 T_2) = 0. \quad (6.22)$$

У цьому сенсі розподіл температур уздовж однорідного провідника не відіграє ролі – важлива тільки температура спаїв. Алгебраїчна сума ТЕРС у замкнутому ланцюзі, що складається з будь-якого числа різних металів, дорівнює нулю, якщо все коло перебуває при одній температурі.

$$E_{AA}(T_1 T_1) = E_{AB}(T_1 T_1) + E_{BC}(T_1 T_1) = 0. \quad (6.23)$$

Це дає можливість додати до термопарі з'єднувальні провідники, які перебувають при сталій однаковій температурі. Якщо коло складається із двох різних однорідних провідників А і В при температурі  $T_1$  і  $T_3$ , то для неї справедливо за умови  $T_1 < T_2 < T_3$

$$E_{AB}(T_3 T_1) = E_{AB}(T_1 T_2) + E_{AB}(T_2 T_3) = 0. \quad (6.24)$$

Це дає можливість використати для конструювання термопарі деяку стабільну проміжну температуру ( $T_2$ ).

Якщо один спай перебуває при фіксованій температурі, то виникнення ТЕРС є функцією різниці вимірів невідомої і фіксованої температури. ТЕРС

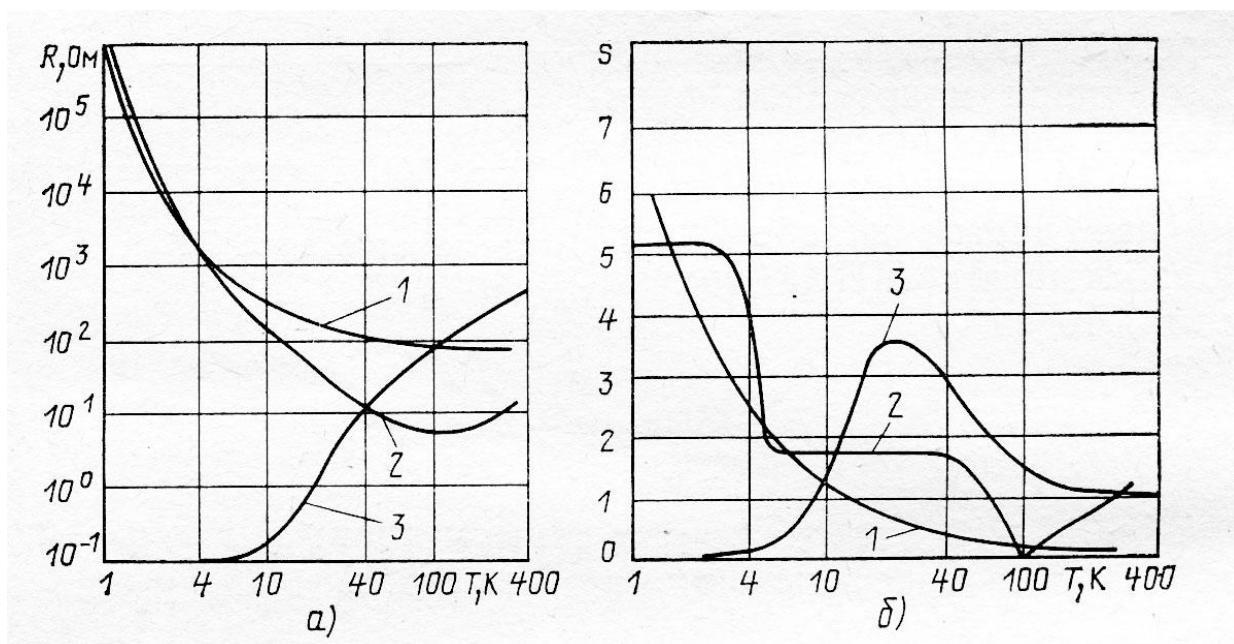


Рис.6.14. Узагальнені температурні залежності електроопору  $R$  (а) і чутливості  $S$  (б) для : 1– вуглецевого; 2 – напівпровідникового і 3 – платинового термометрів опору

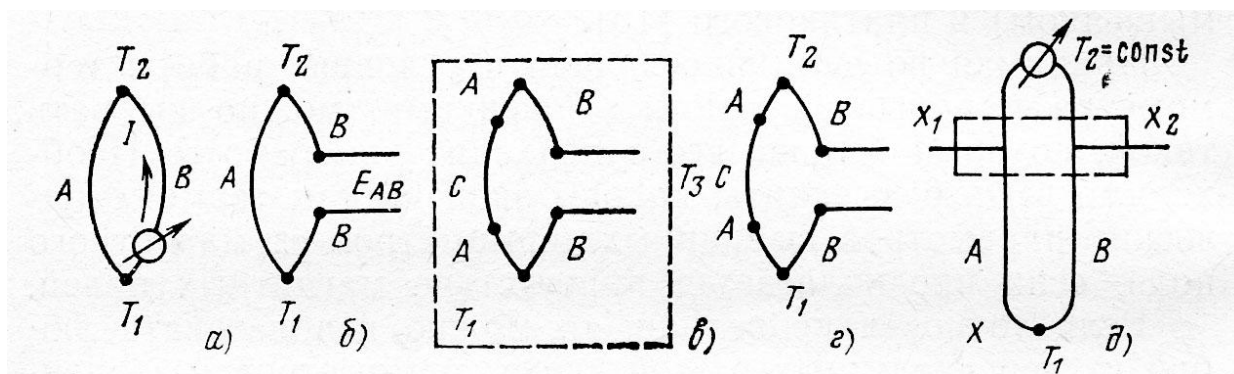


Рис.6.15. Електричне коло з двох металів (а); розімкнуте коло (б); з застосуванням закону проміжних металів (в) і (г) і визначення температури термопарою (д)

пари А і В дорівнює алгебраїчній сумі ТЕРС, що виникає в кожній гілці, тобто

$$E_{AB}(T_1 T_2) = \int_{T_1}^{T_2} S_{AB}(T) dT = \int_{T_1}^{T_2} S_A dT - \int_{T_1}^{T_2} S_B dT, \quad (6.25)$$

де  $S_A$  і  $S_B$  – абсолютні (диференціальні) ТЕРС металів А і В, тобто різниця потенціалів для провідників А і В віднесена для одиничного градієнта температур. Диференціальна ТЕРС термопари для кожної гілки визначається як

$$e_{AB} = \frac{dE_{AB}}{dT} = S_A - S_B \quad (6.26)$$

У відсутності струму за умови безперервності електрохімічних потенціалів стрибки електричного потенціалу (контактна ЕРС) у замкнутому колі компенсуються і не впливають на результати вимірів. Тобто ТЕРС обумовлена тільки градієнтом температур уздовж матеріалу електродів термопари.

Комплект термоелектричного приладу складається з відповідно термопари і вимірника малих різниць потенціалів. При цьому температура «вільних кінців» термопари повинна бути відома для з'ясування відповідного виправлення. Значення диференціальної ТЕРС залежать від матеріалів електродів. За умови, що температура вільних кінців  $T_0 < T_x$  – невідомої температури, значення абсолютної ТЕРС ряду використовуваних матеріалів щодо еталона (платини) наведені в таблиці 6.2. Слід зазначити, що в області низьких температур платина стандартизована.



Таблиця 6.2

**Значення абсолютної ТЕРС для ряду металів у парі з платиною  
для температур 0 – 100° С**

Метал	ТЕРС (мВ)
Хромель	+ 2,8
Залізо	+ 1,9
Кобальт	+ 1,52
Мідь	+ 0,76
Золото	+ 0,93
Срібло	+ 0,71
Платина	0
Родій	- 0,67
Алюмель	- 1,29
Константан	- 3,4
Вісмут	- 7

До матеріалів термопар пред'являють ряд вимог:

а) можливо більша диференціальна ТЕРС, а залежність  $E(T)$  повинна бути безперервною, монотонною функцією;

б) стійкість до корозії;

в) однорідність матеріалу і відтворюваність у промислових масштабах;

г) стабільність;

д) достатня механічна міцність матеріалу;

Термоелектроди термопар ділять на позитивні й негативні (відносно Pt).

### Негативні електроди

Константан – сплав 55-61%Cu, 45-33%Ni+домішки Mn і Fe. Близький за сполуками сплав – копель, у якого зміст Mn і Fe менший, ніж у константані.

Алюмель – сплав 1,6÷2,4%Al, 0.8÷1.5%Si, 1,8÷1,7 %Mn, 0.6÷1,2 %Co решта – Ni. Інтервал температур 300÷50K.

3Ж – сплав 0,02% або 0,07% Fe, решта – Au. Термопары мають найвищу чутливість при  $T < 10\text{K}$ .

3К – сплав 2,1%Co, решта – Au. Застосовувався до розробки сплаву 3Ж.

### Позитивні електроди.

Хромель – сплав 9,5%Cr – решта Ni. Застосовується від кімнатної температури до 30 K.

Мідь – застосовується аж до гелієвих температур, але ТЕРС дуже чутлива до невеликих добавок рідкоземельних елементів і заліза.

НС – нормальне срібло – сплав 0,37% Au, решта Ag. Теплопровідність менша, ніж у міді, однак досить мала відтворюваність ТЕРС у різних екземплярах термопар.

Паладієвий сплав – 0,8% Cr, 0,6%Ru, решта Pd. Один із кращих матеріалів у парі зі сплавами 3Ж.

Найбільш часто з термопарою застосовують усталену схему, рис. 6.6. У цьому випадку  $T_2$  – фіксована температура, визначається температурою кипіння рідини, температуру  $T_1$  вимірюють. В області низьких температур, при лабораторних дослідженнях застосовують термопары: мідь-константан (МКн), мідь-копель (МК), залізо-константан (ЖКн), хромель-алюмель (ХА), а в області гелієвих температур термопары мідь-3Ж (М-3Ж), хромель-3Ж (Х-3Ж), мідь-3К (М3К). Докладні термометричні характеристики цих термопар можна знайти в [10, 12, 13].

При використанні дорогих термопарних матеріалів на практиці в кріостаті застосовують схеми на рис. 6.15 а,б. У цьому випадку проміжна температура – температура рідини (наприклад рідкого гелію при атмосферному тиску), а матеріал В – мідь і може бути значної довжини. Схема б) дозволяє вимірювати різницю температур  $T_1$  і  $T_2$ . Найменше підведення теплоти по термоелектродах одержують, коли площі перетину електродів задовольняють співвідношенню

$$S_2/S_1 = \sqrt{\lambda_1 \rho_2 / \lambda_2 \rho_1}, \quad (6.27)$$

де  $\lambda_1$  і  $\lambda_2$  – питомі теплопровідності,  $\rho_1$  і  $\rho_2$  – питомий електроопір матеріалу електродів.

При індивідуальному градуюванні термопар М-3Ж і Х-3Ж досягається точність визначення температури  $\sim 0,03\text{K}$  (як правило  $0,1\text{K}$ ). Для більшості термопар стабільність, не гірша  $0,5\%$  за рік, при термоциклююванні в області температур  $4,2\text{--}273\text{K}$ , що вимагає термодинамічних виправлень градуювання.

Оскільки диференціальна ТЕРС при зменшенні температури також зменшується, до точності підтримування і величини температури порівняння пред'являються досить суворі вимоги. Найчастіше використовують температуру  $0^\circ\text{C}$  чи  $273,15\text{K}$  – температуру рівноваги рідкої і твердої фази води при атмосферному тиску, і температуру кипіння рідкого гелію при атмосферному тиску  $4,21\text{K}$ .

Виготовляють термопари зі спеціального термопарного дроту в емалієвій або тефлоновій ізоляції. Термопарні електроди зварюються електроіскровим методом.

У висновку слід зазначити, що на точність визначення температури всіх перерахованих типів електричних термометрів у тому або іншому ступені впливає магнітне поле. Залежності  $E(B)$ , де  $B$  – індукція зовнішнього магнітного поля, залежать від матеріалу і конструкції термометра і,

звичайно, потрібне ретельне індивідуальне градуювання в магнітному полі. На ємність сегнетоелектричних термометрів магнітне поле практично не впливає.

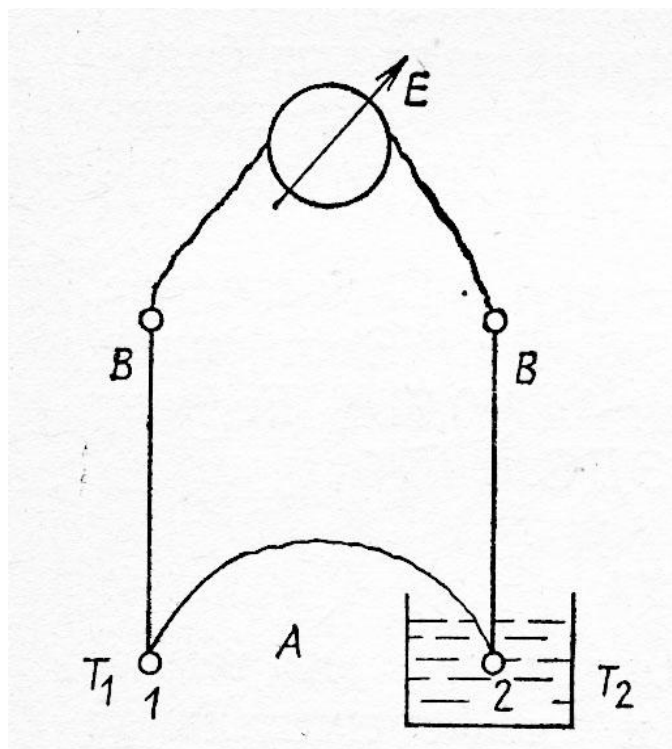


Рис.6.16. Визначення температури диференціальною термопарою ( $T_2$  – температура відліку)

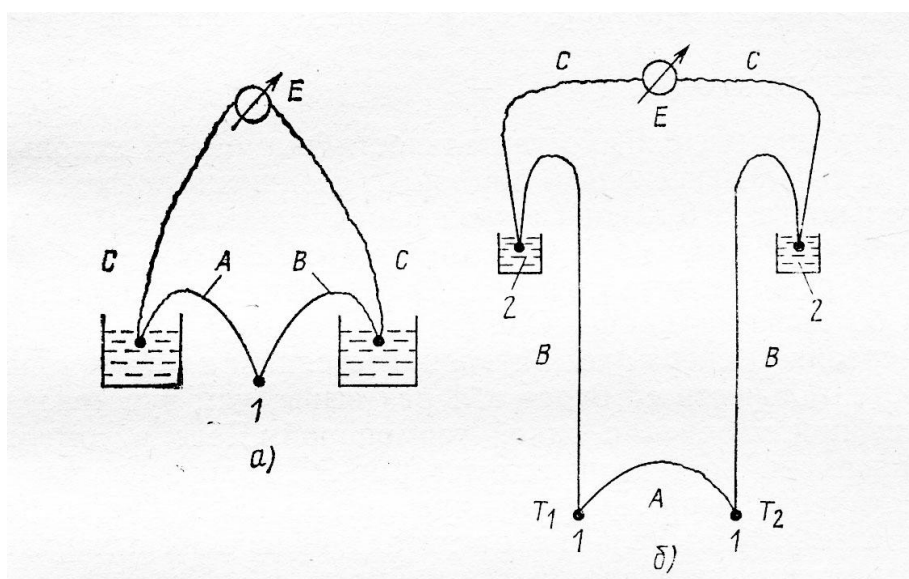


Рис.6.17. Практична схема використання термопар (С – з'єднувальні дроти)

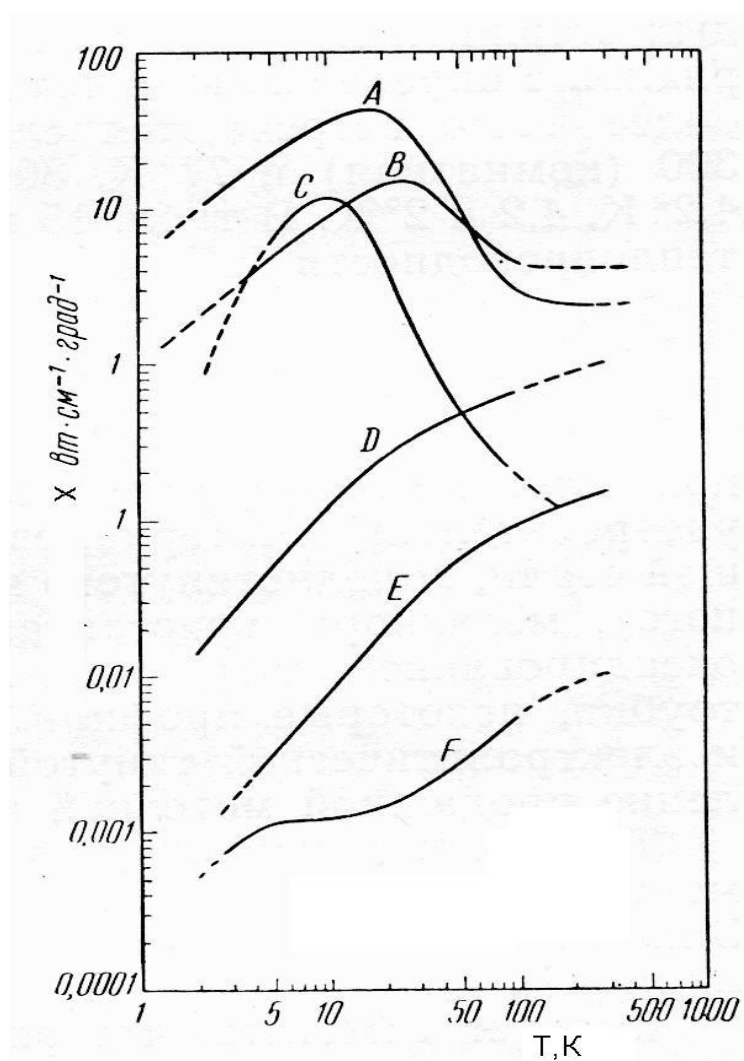


Рис. 7.1. Теплопровідність деяких твердих тіл: А – мідь; В – алюміній; С –  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; D – латунь; Е – нержавіюча сталь; F – плавлений кварц

## 7. Кріостати для низькотемпературних досліджень

Пристрій для підтримки сталої кріогенної температури називають кріостатом. Часто дослідження проводяться в досить широкому інтервалі температур. У цьому випадку кріостат доповнюють комплексом устаткування для виміру й регулювання температури – системою термостатування.

Два основні напрямки конструювання таких систем – це: 1) складні спеціалізовані системи для виконання унікальних експериментів; 2) порівняно прості кріостати універсального застосування, що дозволяють досить просто вирішити широке коло питань низькотемпературних досліджень.

Всі відомі конструкції кріостатів прийнято ділити на два типи: 1) заглибні й 2) проточні («обдувні») кріостати. У кріостатах першого типу зразок (або камера зі зразком) занурений в кріогенну рідину, кількість якої визначає тривалість безперервної роботи. У кріостатах другого типу зразок постійно обдувається дозованою кількістю хладагента за допомогою мікрокомпресора, що дозволяє проводити експерименти протягом тривалого часу. Другий тип кріостатів більш універсальний, дозволяє порівняно просто охолоджувати складні низькотемпературні вимірювальні комірки, у тому числі і у процесі оптичних вимірів (у кріостаті відсутня рідина). У теперішній час кріостати заглибного типу використовуються в основному в простих установках і системах охолодження надпровідних соленоїдів, де регулювання температури відсутнє.

Багато років основним матеріалом для виготовлення лабораторних азотних кріостатів була листова мідь, гелієві посудини Дьюара виготовлялися зі сплавів з низькою теплопровідністю – нейзильберу й

мельхіору. Основним методом стикування деталей була пайка. Досить розповсюдженими були кріостати з посрібленого скла. Зараз основними матеріалами для виготовлення кріостатів служать немагнітні сорти нержавіючої сталі в комбінації з алюмінієм. Основний метод з'єднання деталей таких кріостатів – аргонно-дугове зварювання. Поступово все більше поширення одержують посудини Дьюара з полікарбонатів і склопластиків. Це основні матеріали сучасних спеціалізованих кріогенних установок для магнітних вимірів і установок, що використовують СКВІДи.

### ***7.1. Теплоізоляція кріостатів***

Для ефективної і тривалої роботи систем кріостатування необхідно забезпечити мінімально можливий приплив тепла до кріостата будь-якого типу. Розглянемо основні джерела втрат і теплоізоляцію кріостатів. Можна виділити три основні шляхи передачі тепла: теплопровідність конструкційних матеріалів кріостата, конвективний перенос тепла залишковими газами і перенос тепла випромінюванням.

1. Теплопровідність. Тепловий потік в одиницю часу  $\dot{Q}$  через тверде тіло із площею перетину  $A$  в присутності температурного градієнта  $\partial T / \partial x$  дорівнює

$$\dot{Q} = \lambda(T) A \frac{\partial T}{\partial x} \quad (7.1)$$

або для кінцевих температур  $T_1$  і  $T_2$  :

$$\dot{Q} = \frac{A}{l} \int_{T_1}^{T_2} \lambda(T) dT, \quad (7.2)$$

де  $l$  – довжина конструкції,  $\lambda(T)$  – коефіцієнт теплопровідності, що залежить від температури. Очевидно, що конструкційний матеріал повинний мати малий  $\lambda(T)$ , а сама конструкція повинна забезпечувати малі градієнти

температури. На рис. 7.1 схематично представлені експериментальні дані про  $\lambda$  (Т), які ілюструють застосовність різних матеріалів [3]. Варто виділити мідно-нікелеві сплави, які легко паяти, й нержавіючі сталі, які з'єднують аргонно-дуговим зварюванням. У тих випадках, коли необхідно виконати тепловий міст (тобто ефективну теплопередачу) найкращим матеріалом є чиста мідь. Відзначимо також дуже високу теплопровідність сапфіра ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), з якого можна виготовляти діелектричні прокладки з високою теплопровідністю (підкладки).

2. Конвекція. У більшості випадків конвективний перенос тепла в кріостатах усувається відкачкою межстінного простору. Часто в міжстінному просторі при виготовленні розташовують деяку кількість адсорбенту (наприклад активованого вугілля), що при охолодженні посудини ефективно поглинає залишкові гази, які можуть виділятися стінками посудини в процесі експлуатації. Однак, часто в кріостатах у термостатуючих камерах зберігають деяку кількість газу при тиску  $\approx 10^2 \div 10^3$  Па для ефективного й швидкого охолодження. Після досягнення необхідної мінімальної температури цей газ видаляють відкачкою.

Розглянемо теплопровідність газу трохи докладніше. При звичайних умовах теплопровідність  $\lambda$  і в'язкість  $\eta$  газу можна представити у вигляді [2]:

$$\lambda = \frac{1}{3} m l \bar{v} C_v \quad \text{і} \quad \eta = \frac{1}{3} m l \bar{v}, \quad (7.3)$$

де  $m$  – маса молекули,  $l$  – середня довжина вільного пробігу,  $n$  – концентрація молекул,  $\bar{v}$  – середня швидкість,  $C_v$  – питома теплоємність газу. Якщо позначити щільність газу  $\rho = \frac{m}{V}$ , отримаємо:

$$\lambda = \frac{1}{3} \rho l \bar{v} C_v, \quad \eta = \frac{1}{3} \rho l \bar{v} \quad \text{і} \quad \lambda = \eta C_v. \quad (7.4)$$



Оскільки  $l \sim 1/\rho$ , то  $\lambda$  і  $\eta$  у першому наближенні не залежать від тиску, а тільки від температури, тому що  $\bar{v} = f(T)$ . З емпіричних даних  $\lambda = \text{const} \cdot \eta C_V$ , де  $\text{const} = 1,5 \div 2,5$  для більшості газів.

В області низьких тисків довжина вільного пробігу стає більшою за характерні розміри кріостата  $d$ . У цьому випадку  $\lambda \propto n \propto P$  і стає важливою взаємодія молекул з поверхнями кріостата. Для двох поверхонь при температурах  $T_1$  і  $T_2$  потік тепла крізь газ можна представити у вигляді [3]:

$$\dot{Q} = \frac{a_0}{4} \cdot \frac{\gamma + 1}{\gamma - 1} \sqrt{\frac{2R}{\pi\mu}} \cdot P \cdot \frac{T_2 - T_1}{\sqrt{T}}. \quad (7.5)$$

Тут  $\mu$  – молярна маса,  $\gamma = C_p / C_V$  – газова стала,  $a_0 = \frac{a_1 + a_2}{2}$  – середній коефіцієнт акомодатії – число, що характеризує взаємодію молекули зі стінкою (строго – частка енергії, одержувана стінкою при зіткненні з молекулою),  $T$  – деяка температура  $T_1 < T < T_2$ . Звичайно  $P / \sqrt{T} = \text{const}$ , і за умови  $l \gg d$  отримаємо:

$$\dot{Q} = \text{const} \cdot a_0 \cdot (T_2 - T_1), \quad \text{де} \quad a_0 = \begin{cases} \frac{1}{2} a_0 & \text{якщо } a \rightarrow 0 \\ a_0 & \text{якщо } a \rightarrow 1 \end{cases}. \quad (7.6)$$

Коефіцієнт акомодатії звичайно визначають дослідним шляхом [13] і приводять у довідниках, а реальний теплопереніс у газі уточнюють шляхом випробувань кріостата. Звичайно перенос тепла між полірованими поверхнями ( $a = 0$ ) істотно менше, ніж між шорсткуватими ( $a = 1$ ).

3.Випромінювання. Для абсолютно чорного тіла, що поглинає випромінювання, поглинаюча  $a$  і випромінююча  $\varepsilon$  здатності дорівнюють одиниці і, відповідно відбивна здатність

$$R = 1 - a = 1 - \varepsilon = 0. \quad (7.7)$$

Для такого тіла енергія, що випромінюється одиничною площадкою в одиницю часу,

$$E = \sigma T^4, \quad (7.8)$$

де  $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ Вт} \cdot \text{м}^{-2} \cdot \text{К}^{-4}$  – стала Стефана, до того функція  $E(\lambda)$ , де  $\lambda$  – довжина хвилі випромінювання, має максимум при  $\lambda = \lambda_{\text{макс}}$ , так що  $\lambda_{\text{макс}} T = \text{const}$  відповідно до закону зсуву Віна. В інтервалі низьких температур спектральний максимум перебуває в далекій інфрачервоній області спектра.

У реальних конструкціях ми маємо справу з поверхнями, випромінювальна здатність яких лежить в інтервалі  $0,01 < \varepsilon < 1,0$ . Для більшості лакофарбових покриттів  $\varepsilon \sim 1,0$ , а у випадку металів відповідно до класичної електродинаміки

$$\varepsilon = 1 - R \approx 3,65 \left( \frac{\rho}{\lambda} \right)^{1/2}. \quad (7.9)$$

У співвідношенні (7.9) довжина хвилі випромінювання  $\lambda$  виражена в мкм, а питома електропровідність  $\rho$  в Ом.см. В області аномального скін-ефекту при гелієвих температурах співвідношення (7.9) стане непридатним у силу нелокального зв'язку поля і струму. Тому звичайно користуються емпіричними даними про випромінювальну здатність й у першому наближенні оцінюють роль випромінювання в переносі тепла за умови  $\varepsilon_1 \approx \varepsilon_2$  для двох поверхонь площі  $A$  як

$$\dot{Q} = \sigma A (T_1^4 - T_2^4) \frac{\varepsilon}{2}. \quad (7.10)$$

Величину  $\varepsilon$  можна знайти в довідниках для різних речовин і різного стану обробки поверхні [3, 13]. З формули стає зрозумілою роль азотного щабля (екрану) в гелієвому кріостаті ( $300^4 \gg 77^4$ ), коли навіть сріблення скляних поверхонь недостатньо для зменшення втрат за рахунок випромінювання. Загальним правилом конструювання низькотемпературних вузлів кріогенного встаткування є дзеркальне полірування всіх поверхонь кріостатів.

4. Інші види втрат. Вимірювальні комірки кріостатів являються комплексом електротехнічних і механічних пристроїв, у яких завжди є присутнім небажане тепловиділення за рахунок джоулева тепла, тертя в механічних рухливих вузлах і вібрацій. Особливо важливий облік цих факторів у кріостатах для області температур  $T < 1\text{K}$  [8, 14]. Найбільш простим способом зменшення джоулева тепла є зниження резистивних втрат раціональним вибором діаметра провідників електричного струму й робота при можливо менших величинах робочих струмів. І хоча збільшення перетину провідників зменшує резистивні втрати, при цьому зростає звичайний теплопритік через матеріал провідників. Існують оптимальні перетини провідників з різних металів, значення яких приводяться в довідниках [13].

5. Тепловий контакт. У ряді випадків необхідно забезпечити надійний тепловий контакт елементів кріогенних пристроїв (наприклад зразка з підкладкою або тепловиділяючого елемента конструкції з радіатором). У цьому випадку при механічному контакті металевих деталей застосовують спеціальні низькотемпературні компаунди і замазки. Завжди теплопровідність затверділої замазки вища, ніж газу в зазорі. Експерименти показують, що тільки збільшення тиску в області механічного контакту не приводить до поліпшення теплового контакту. З тією ж метою мініатюрні термометри опору і термопари завжди закріплюють на зразках за допомогою компаундів. У багатьох випадках для охолодження електропідводів ефективно приклеювання дроту в ізоляції до елементів конструкції кріостата.

## ***7.2. Основні типи кріостатів***

1. Заглибні кріостати. Класичне компонування гелієвого кріостата «дьюар у дьюарі» наведене на рис. 7.2. Зовнішня посуда заповнена рідким азотом, внутрішня – гелієм. У такому кріостаті температуру гелієвої

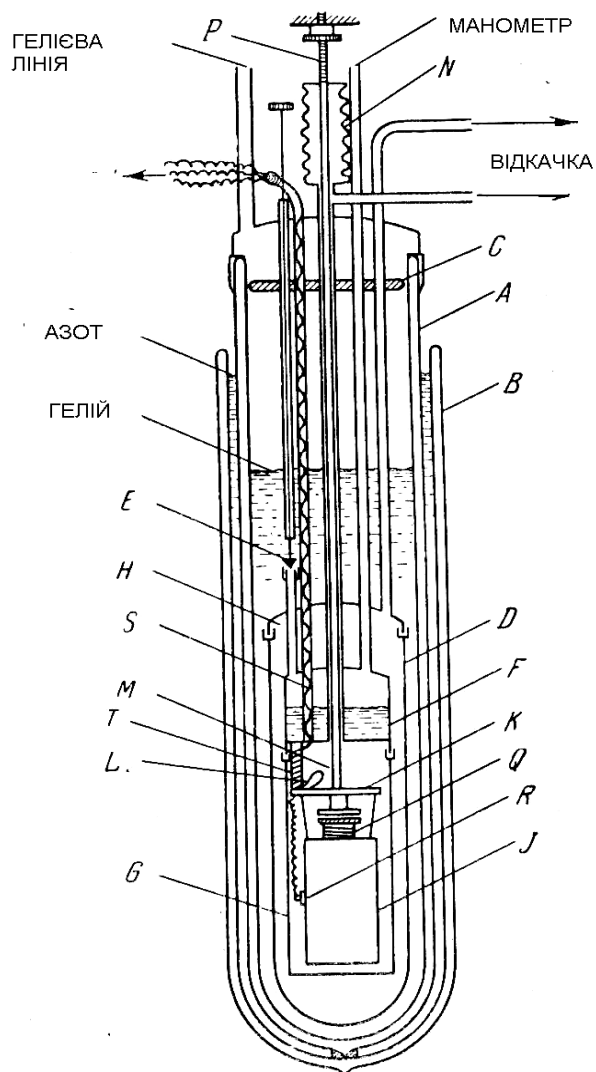


Рис. 7.2. Заглибний кріостат: А – гелієва посудина; В – азотна посудина; С – екран; D – вимірювальна камера; E – регулятор тиску; F і G – ширми; J – зразок; R – нагрівач

ванни можна змінювати тільки в інтервалі 0,8 – 4,2 К відкачкою пари гелію над рідиною, а температуру азотної ванни в інтервалі 63 – 77 К відкачкою пари азоту. Для розширення температурного діапазону вимірів зразок звичайно розміщують у вакуумній камері, заповненій теплообмінним газом (гелій під тиском  $10^2 \div 10^3$  Па). У заглибних кріостатах для поглинання тепла, яке виділяється в експериментальному пристрої, використовується тільки теплота фазового переходу – теплота випарювання рідкого гелію або азоту. Охолодження зразка здійснюють відбором тепла крізь теплообмінний газ, який заповнює камеру, а нагрівання звичайно електричним нагрівачем, що розташований безпосередньо на зразку. Там же розташований і термометр для контролю температури. Часто для усунення втрат на випромінювання усередині камери розташовують екран («ширму»), температуру якого підтримують рівній температурі зразка. Така установка в принципі дозволяє перекрити інтервал температур 1 – 273 К. Створити універсальний кріостат, однаково придатний для всіх видів низькотемпературних досліджень, складно і нераціонально. Однак досить зручні й універсальні гелієві посудини Дюара випускаються багатьма фірмами. Схематичне креслення однієї з таких посудин типу КГ (Вакууммаш, м. Суми, Україна) представлено на рис. 7.3. З метою зменшення витрати коштовних конструкційних матеріалів і зниження маси кріостат виконаний із трьома стінками. До цієї посудини можна виготовити весь низькотемпературний вимірювальний комплекс, включаючи і надпровідний соленоїд для робіт у магнітному полі.

2. Проточні кріостати. Посудини Дюара кріостатів цього типу практично не відрізняються від посудин заглибних кріостатів. В основному це трьохстінні конструкції з загальним вакуумом, подібні до кріостатів типу КГ. Істотною відмінністю таких кріостатів є відсутність у низькотемпературному щаблі гелію в рідкій фазі [15]. Внесок теплоти випару використовується тільки для підтримки температур, близьких до

температур кипіння рідкого хладагента. Основний внесок у широкому діапазоні температур забезпечує теплоємність (ентальпія) газоподібного хладагента. Очевидна перевага такої конструкції – можливість тривалої роботи без додаткових заливань, а також спрощення і підвищення надійності роботи при оптичних і магнітних вимірах, коли основні вузли зразка і кріостат виготовляються з полікарбонатів і не потрібне використання камер з низькотемпературним вакуумним ущільненням.

У кріостатах теплообмінного типу вимірювальна камера являє собою досить масивний у порівнянні зі зразком блок, що конструктивно включає змійовик або систему каналів, через які пропускають газоподібний хладагент. Регулюючи швидкість подачі хладагента, можна перекрити необхідний температурний діапазон 4,2 – 300К. Температура контролюється термометром, який розташований безпосередньо на теплообміннику. Система автоматики за даними термометрії керує потоком хладагента. Швидкість подачі хладагента з невеликого допоміжного резервуара, розташованого поблизу теплообмінника (рис. 7.4), можна регулювати або створенням надлишкового тиску в резервуарі, або зниженням тиску на виході теплообмінника (метод Свенсона). Часто такі кріостати доповнюють регулюванням другого потоку теплообмінного газу в зазорі між випарником і утримувачем зразка, що дозволяє більш точно підтримувати задану температуру. Якщо процес подачі рідкого гелію у випарник супроводжується відкачкою, то така система дозволяє проводити виміри і у температурному діапазоні 4,2 – 1,2 К. Схематично установка такого типу – магнітометра наведена на рис. 7.5. Така конструкція найбільш просто дозволяє виконати магнітні градіометри, у яких зразок сканує магнітні антени СКВІДа, розташовані на відстані близько 10 см.

У випадку, коли методика вимірів виключає можливість безпосереднього контакту зразка й теплообмінника (наприклад магнітні

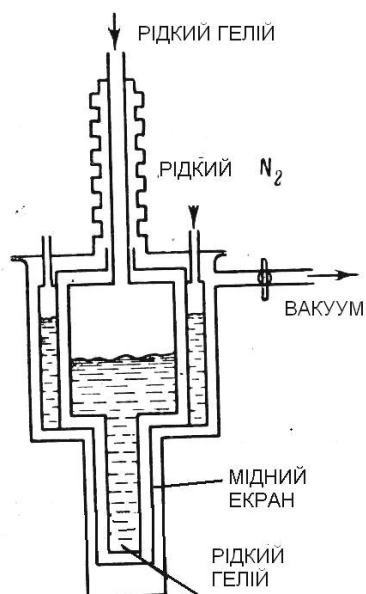


Рис.7.3. Схематичний перетин промислового кріостата типу КГ (кріостат гелієвий)

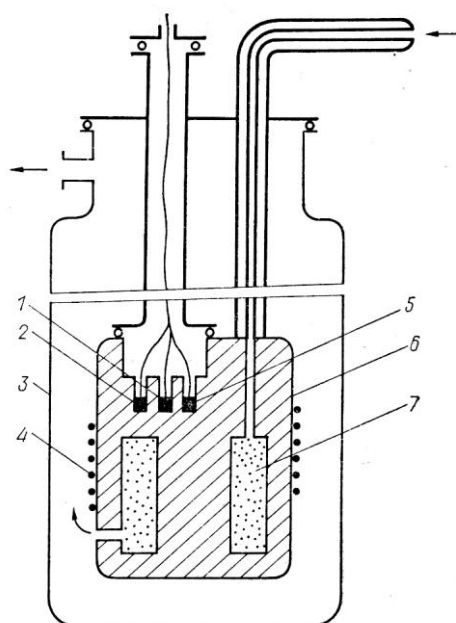


Рис.7.4. Проточна установка для градуювання термометрів: 1, 2 і 8 – термометри; 3 – посудина Дюара; 4 – електричний нагрівач; 7 – теплообмінник

виміри), використовують проточні кріостати з обдувом безпосередньо зразка дозованими потоками холодного або теплого хладагента. У цих установках низькотемпературний рівень – власно гелієвий дюар з розташованим у нижній частині каналом з утримувачем зразка. Безпосередньо до утримувача підведені два капіляри, по яких надходить холодний гелій з випарника ( $T \sim 5\text{K}$ ) і теплий гелій кімнатної або азотної температури залежно від вибору необхідного інтервалу температур. Температура регулюється комбінованою подачею холодного й теплого газу до зразка. Кількість газу дозується мікрокомпресорами, які керуються датчиками температури на зразку. Найбільш часто застосовується конструкція, у якій потік газоподібного хладагента заданої температури протікає через два канали. В одному каналі розташовується зразок, в іншому – термометр. Найбільш складним вузлом є керовані редуктори-дозатори потоку газоподібного хладагента із системою терморегуляції. Сучасні обдувні кріостати квантових магнітометрів підтримують температуру зразка з точністю близько  $0,1\text{ K}$  у інтервалі  $5 - 300\text{ K}$ . Схема одного із кріостатів обдувного типу для оптичних вимірів наведена на рис. 7.6. З рисунка видно, що в даному кріостаті оптичні вікна ні на азотному, ні на гелієвому рівні не перебувають у рідкому середовищі, і оптичне випромінювання не проходить через рідину.

У цей час проточні системи охолодження зразків застосовуються практично у всіх напрямках низькотемпературних досліджень. Основою закордонних комерційних низькотемпературних установок є саме проточні кріостати. Багато аспектів конструювання й використання проточних кріостатів викладені в роботі [15].



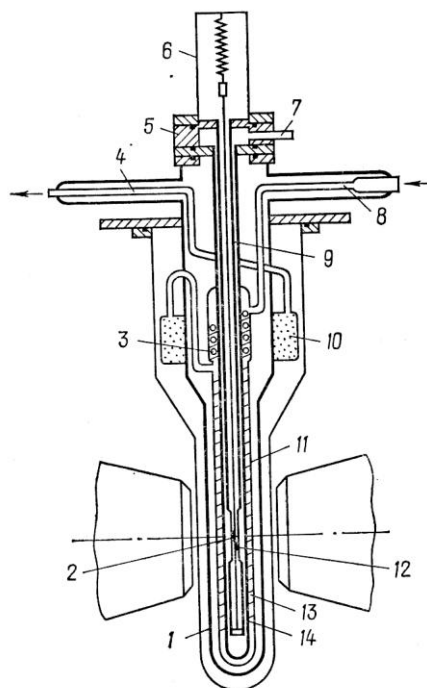


Рис.7.5. Проточний кріостат для магнітних вимірювань: 1 – посудина Дюара; 4 і 8 – патрубки для постачання газу; 9 – підвіс; 3 і 10 – теплообмінники; 13 – екран системи термостатування; 14 – зразок; 5, 6 і 7 – допоміжні елементи підвісу

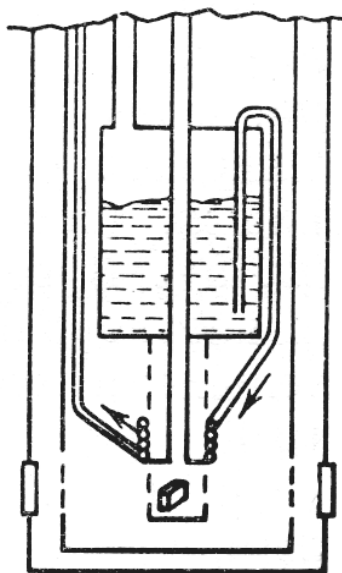


Рис.7.6. Обдувний кріостат для оптичних вимірювань

### **7.3. Особливості кріостатів різного застосування**

#### **7.3.1. Транспортні посудини Дюара**

Для зберігання й переливання рідких хладоагентів застосовують транспортні посудини Дюара. У сучасних лабораторіях у процесі досліджень переважно використовують рідкі азот і гелій – інертні гази, безпечні в роботі. Для зберігання рідкого азоту в кількостях до 100 літрів використовують суцільнометалеві двохстінні посудини, конструкція яких подібна наведеній на рис. 7.7. Внутрішня частина звичайно виготовляється з нержавіючої сталі, зовнішня з алюмінієвих сплавів. Підтримка вакууму (тиск біля  $10^{-1} \div 10^{-2}$  Па) досягається розміщенням у міжстінному просторі адсорбенту (звичайно силікагелю), що при заповненні посудини рідким азотом ефективно поглинає залишкові гази. Така конструкція забезпечує випаровуваність менше ніж 5% за добу.

Дуже низька прихована теплота пароутворення рідкого гелію вимагає більш складної конструкції транспортної посудини Дюара, рис. 7.8. Звичайно це чотирьохстінна конструкція, у якій гелієва посудина перебуває в середовищі рідкого азоту. Подібна конструкція забезпечує випаровуваність менше за 0,5 літра/добу рідкого гелію при об'ємі посудини 10 – 15 літрів. Переливання гелію із транспортної посудини звичайно здійснюють сифоном («переливалкою»), виконаним у вигляді двохстінної вакуумованої трубки. Мала в'язкість рідкого гелію дозволяє зменшити діаметр внутрішньої трубки до 3 – 4 мм, а зовнішньої до 8-10 мм. Переливалки виготовляють зі спеціальних тонкостінних трубок зі сплавів з низькою теплопровідністю (мельхіор, нейзильбер, нержавіюча сталь), і вони в процесі роботи вимагають дбайливого ставлення. Такими сифонами забезпечуються як транспортний, так і лабораторний кріостати. Переливання гелію забезпечують створенням невеликого надлишкового

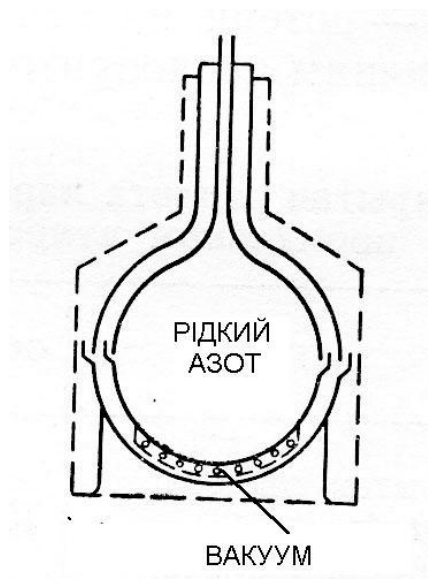


Рис.7.7. Азотна транспортна посудина Дюара

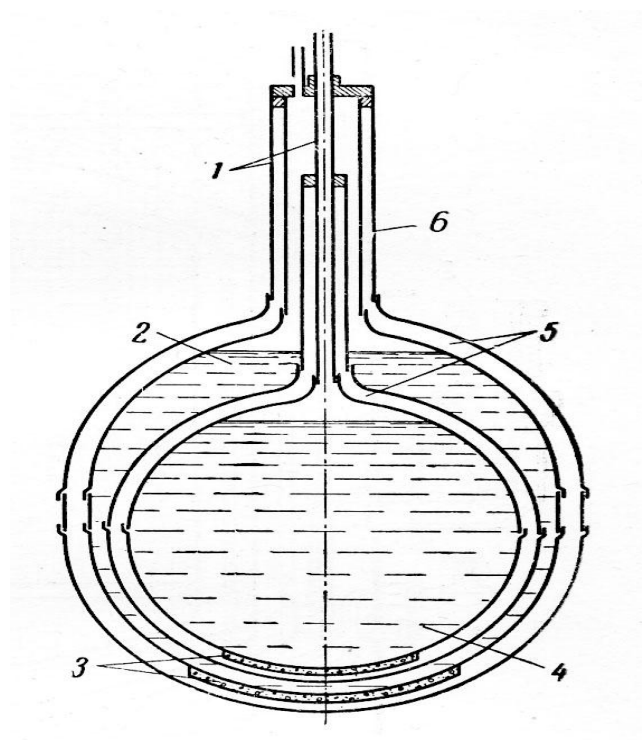


Рис.7.8. Гелієва транспортна посудина Дюара: 1 – гелієвий патрубок; 2 – рідкий азот; 3 – адсорбент; 4 – рідкий гелій; 5 – гелієва посудина; 6 – азотна посудина

тиску (біля  $10^4$  Па) усередині транспортної посудини Дюара. Для контролю рівня гелію в закритій транспортній посудині звичайно використовують явище виникнення термоакустичних низькочастотних коливань стовпа газоподібного гелію в замкнутій трубці (наприклад переливалці), один кінець якої торкається рівня рідкого гелію ( $T = 4,2$  К), а другий перебуває в області кімнатних температур. Коливання виникають тільки у випадку торкання рідкого гелію. У лабораторних кріостатах для контролю рівня гелію звичайно застосовують терморезистивні або надпровідні датчики з танталу.

### ***7.3.2. Лабораторні кріостати різного призначення***

1. Кріостати для механічних випробувань зразків. Основним видом робіт у цих кріостатах звичайно є дослідження низькотемпературних проблем матеріалознавства: механізмів пластичності, пружності, крихкого руйнування, твердості, міцності, впливу деформації на поведінку конструкційних матеріалів. Основними труднощами при реалізації цих завдань є необхідність передачі значних механічних зусиль, створюваних поза кріостатом, в область низьких температур. Розривні машини, на яких виконують дослідження, являють собою звичайно досить масивну конструкцію, що працює при температурах рідкого гелію [16]. Найбільш складним завданням є одночасне забезпечення необхідної жорсткості машини і малого підводу тепла деталями машини. Компромісом є використання високоміцних легованих сталей з малим коефіцієнтом теплопровідності. Більшість використовуваних кріостатів заглибного типу з вакуумованими камерами. Огляд великої кількості таких пристроїв наведений в [16].

2. Кріостати для оптичних досліджень. Реалізація заглибних кріостатів для оптичних досліджень завжди викликала певні труднощі,

особливо при вимірах у поляризованому світлі. Бажано, щоб випромінювання не проходило крізь кріогенну рідину. Одна з можливих конструкцій трьохстінного оптичного кріостата наведена на рис. 7.9. Оптичні вікна повинні бути підібрані як за смугою пропускання, так і за коефіцієнтом лінійного термічного розширення. У цей час основним типом кріостатів для оптичних і рентгенівських досліджень служать конструкції проточного типу, у яких порівняно легко забезпечити необхідну конфігурацію оптичного пучка й сумісність із іншим оптичним устаткуванням поза кріостатом. Якщо виміри допускають використання масивної підкладки, то використовують проточні теплообмінні кріостати, які дозволяють більш точно підтримувати задану температуру, наприклад у рентгенівських вимірах коефіцієнта термічного лінійного розширення.

3. Кріостати для магнітних вимірів. Методи магнітних вимірів можна розділити на два широкі класи: статичні й динамічні (індукційні). Різновидом динамічних методів є вібраційна, а так само квантова магнітометрія (СКВІД–магнітометри, градіометри) для вимірів намагніченості з розділом, близьким до  $1/100$  кванта магнітного потоку, детальний розгляд яких виходить за рамки даного методичного посібника і буде наведений в курсі «Надпровідність металів і сплавів».

До статичних методів відносять вагочутливі установки, які вимірюють намагніченість зразків за силою, що виникає в зовнішньому магнітному полі. У методі Фарадея використовують неоднорідне магнітне поле, а сила визначається як

$$F_z = m\chi_m H_x \frac{\partial H_x}{\partial z}, \quad (7.11)$$

де  $m$  – маса,  $\chi_m$  – сприйнятливість одиниці маси,  $H_x$  – горизонтальне магнітне поле,  $dH_x/dz$  – його градієнт у вертикальному напрямку,  $F_z$  – вертикальна сила. Якщо зразок взяти достатньої довжини, то його верхня

частина виявиться в дуже малому полі розсіювання магніту і сила, яка діє на зразок, буде

$$F_z = \frac{\chi_0 - \chi_g}{2} (H^2 - H_0^2) A, \quad (7.12)$$

де  $\chi_0$  – об'ємна сприйнятливість зразка,  $\chi_g$  – об'ємна сприйнятливість хладагента в потоці,  $H$  – поле на осі магніту,  $A$  – площа перетину зразка. Як видно із принципу вимірів найбільш прийнятним типом кріостата буде обдувний із заданою температурою потоку хладагента.

В індукційних методах використовують виміри індуктивності котушки із сердечником з досліджуваного матеріалу за допомогою різного типу мостових схем на змінному струмі в діапазоні частот 10 Гц - 1 кГц. Відомо, що індуктивність соленоїда дорівнює

$$L = \mu_0 \mu n^2 V, \quad (7.13)$$

де  $\mu_0$  – магнітна стала,  $\mu = 1 + \chi$  – відносна магнітна проникність,  $n$  – число витків на одиницю довжини,  $V$  – об'єм соленоїда. Для соленоїда із сердечником індуктивність залежить від  $\mu$ , що і дає можливість відносних вимірів  $\mu$  і  $\chi$ . І в цьому випадку найбільш розроблені конструкції магнітометрів використовують кріостати обдувного типу.

Загальною проблемою виготовлення кріостатів для магнітних вимірів є вибір немагнітних (точніше слабомагнітних) конструкційних матеріалів. У цей час звичайні посудини Дюара й деталі вимірювальних комірок магнітометрів виготовляють із полікарбонатів або склопластику і застосовують ретельне магнітне екранування багат шаровими пермалоевими й надпровідними екранами у середині кріостата. Більшість сучасних комерційних магнітометрів як джерело магнітного поля використовують надпровідні соленоїди. У цьому випадку соленоїд звичайно розміщують у гелієвому кріостаті заглибного типу, що забезпечує температуру 4,2 К. В отворі соленоїда розміщують проточний гелієвий

кріостат, який забезпечує регулювання температури зразків в інтервалі 300 - 1,2 К. Таке компонування дозволяє проводити виміри протягом одного-двох тижнів.

4. Кріостати для теплофізичних досліджень. Основний метод виміру теплоємності – адіабатична калориметрія – процес контролю зміни температури зразка завданої маси при підведенні дозованої кількості тепла, рис. 7.10. Точність вимірів визначається точністю визначення температури й кількості підведеного тепла, а так само можливо більш повним усуненням неконтрольованих теплопідводів до зразка. У цьому методі використовуються кріостати як заглибного типу, так і проточні (з теплообмінниками). Підтримка необхідної температури звичайно здійснюється автоматизованими електронагрівачами. Особливістю конструкції низькотемпературної вакуумованої адіабатизуючої камери є використання внутрішніх радіаційних екранів («ширм») з температурою, яка дорівнює температурі зразка. Другий метод – релаксаційний калориметр, у якому мірою теплоємності служить швидкість зміни температури зразка при завданій величині відводу тепла від зразка. Цей метод застосовується в основному при дослідженнях теплоємності зразків малих розмірів. Метод вимагає застосування малоінерційних термометрів і повної автоматизації процесу вимірів.

5. Кріостати для електрорезистивних вимірювань. Виміри температурних залежностей електричного опору і ефекту Хола вимагають порівняно простих за конструкцією кріостатів. У випадку зразків малих розмірів необхідне ретельне усунення неконтрольованих теплових потоків уздовж електропідводів і вибір вимірювальних струмів можливо меншої величини. Потоки тепла звичайно усувають за допомогою теплового шунтування дротів і елементів кріостата, контактуючими з рідким хладагентом, рис. 7.10. У ряді випадків дуже ефективним способом

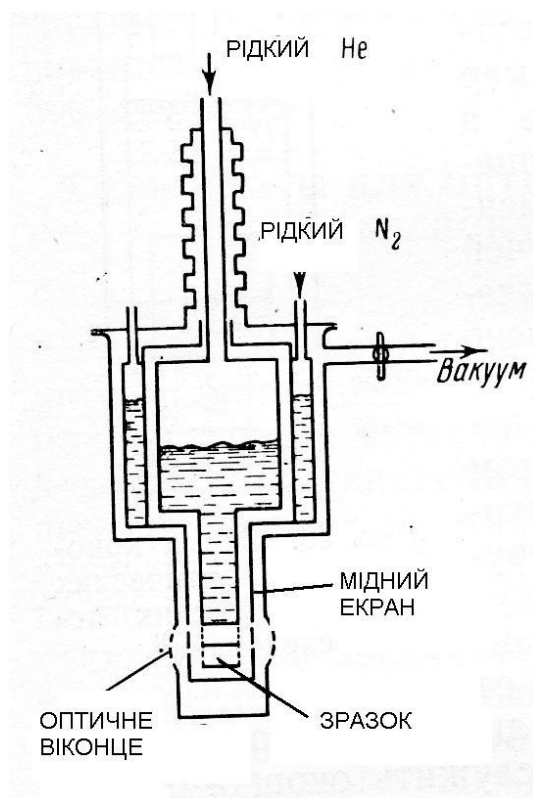


Рис.7.9. Заглибний кріостат для оптичних вимірювань

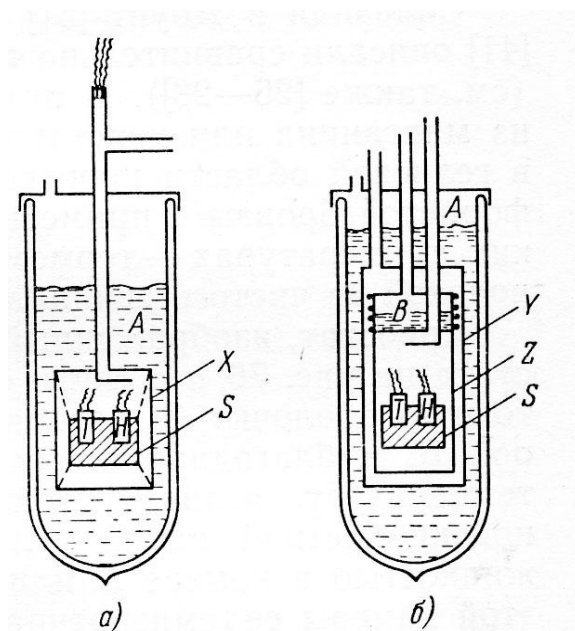


Рис.7.10. Заглибні кріостати для визначення теплоємності твердих тіл: а) звичайний; б) з «ширмою»



зниження джоулевого тепла є застосування імпульсного методу вимірів. При дослідженнях у СВЧ діапазоні звичайно застосовують хвильоводні системи, виготовлені зі сплавів з малою теплопровідністю – нейзильберу або мельхіору з необхідним срібленням робочих поверхонь. Вибір типу кріостата принципових обмежень не має.

6. Як видно з Н-Т діаграми, для надпровідників II-го роду максимально досяжні критичні поля досягаються при температурах  $T < 4,2$  К. Тому всі кріостати, що призначені для охолодження надпровідних соленоїдів, мають конструкцію заглибного типу. Для досліджень в інтервалі температур 1 - 300 К у магнітних полях вимірювальну комірку зі зразком звичайно розміщують у додатковій посудині Дюара або вакуумній камері, яка розташована в робочому отворі соленоїда. Відомі конструкції з так званим «теплим» отвором для вимірів в області кімнатних або більш високих температур. У цьому випадку посудина Дюара для соленоїда має кільцеподібну конструкцію. Подальшим розвитком цих систем є великі кільцеподібні кріостати з надпровідними соленоїдами, в отворах яких розміщаються бульбашкові водневі камери для досліджень треків елементарних часток у магнітних полях.

Наприкінці цього розділу відзначимо, що у всіх установках, досить докладні креслення яких наведені в [4], всі елементи конструкцій і елементи електричних схем, які занурені в рідкий гелій або близькі до цієї температури, або перебувають при температурі рідкого гелію в проточних кріостатах, обов'язково розміщують на підвісах, які у своїй високотемпературній частині перебувають у тепловому контакті з азотною ванною або закриті екранами, які контактують із азотною ванною. Це зменшує температурні градієнти в області гелієвих температур і втрати на випромінювання усередині кріостата.

## **8. Вакуумна техніка в низькотемпературній лабораторії**

Техніка вакуумних систем описана в багатьох книгах [17, 18], тому в методичному посібнику ми розглянемо коротко тільки ті елементи вакуумних систем, які досить широко застосовуються в практиці кріогенних досліджень для:

- 1) створення й підтримки вакууму в міжстінному просторі посудин Дюара кріостатів;
- 2) регулювання тиску теплообмінного газу в камерах вимірювальних комірок заглибних кріостатів;
- 3) регулювання температури в заглибних кріостатах шляхом відкачки пари кріогенної рідини;
- 4) забезпечення вакуумної гігієни в системах циркуляції хладоагентів.

### **8.1. Вакуумні насоси**

У лабораторній практиці застосовують три типи вакуумних насосів:

- А) механічні, головним чином роторні;
- Б) дифузійні парострумінні;
- В) кріогенні адсорбційні.

До елементів вакуумних систем відносять також кріогенні фільтри («пастки») для усунення домішок у потоці газу шляхом їхньої конденсації й виморожування, системи трубопроводів, а так само системи контролю й регулювання тиску газу.

На рис. 8.1 показана типова схема більшості кріогенних лабораторних установок з елементами вакуумної системи. Розглянемо ці елементи.

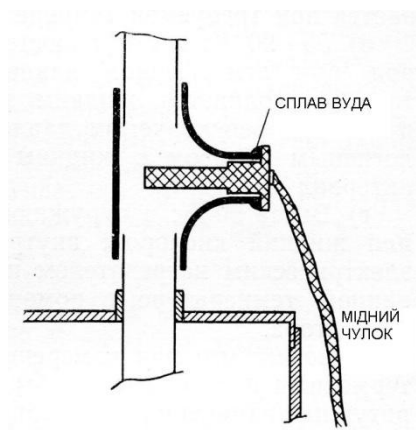


Рис.7.11. Варіант термічного шунта дротів в кріостатах для вимірювань електроопору

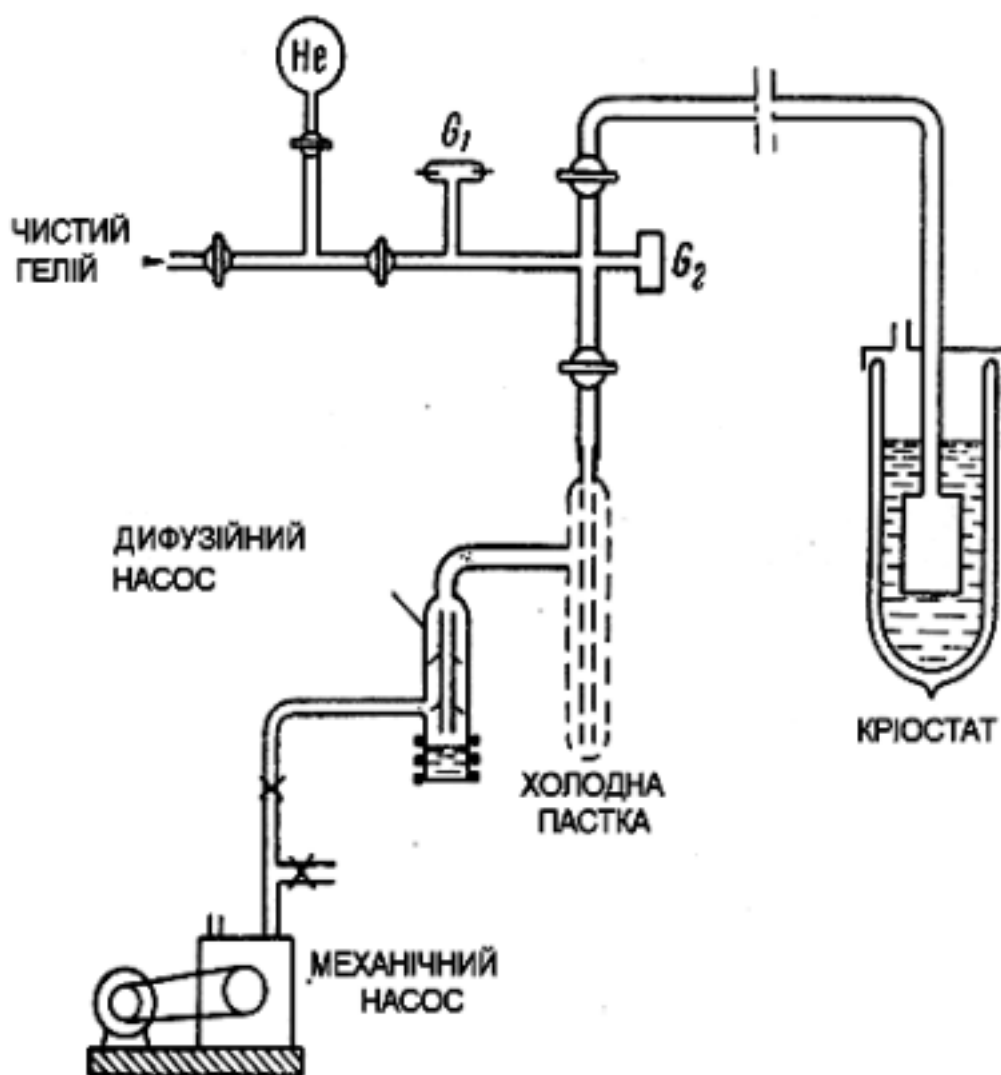


Рис.8.1. Вакуумна система лабораторного кріостата

Найбільше поширення в лабораторній практиці одержали пластинчато-роторні механічні форвакуумні насоси з масляним ущільненням. Для підвищення експлуатаційних характеристик випускаються насоси у двоступінчастому виконанні. Обертовий ексцентричний ротор утворює зі стінками насоса об'єм, у якому за два обороти ротора газ перекачується від впускного до впускного клапана. Вакуумне ущільнення створюється пластиною, що робить радіальні переміщення. Клапани керуються перепадом тисків. Граничний тиск таких насосів становить  $(2 \div 5) \cdot 10^{-2}$  Па, а швидкість відкачки лежить у межах 5-25 літрів/хв. Більш стабільну швидкість відкачки й надійність мають золотникові насоси, в яких пластина із профільними каналами виконує роль клапанів впуску й випуску газу (золотника). Пристрій насоса схематично наведений на рис. 8.2. Насоси цього типу з подвійним вакуумним ущільненням вала типу ВН-2М широко застосовуються для регулювання температури шляхом відкачки пари рідкого гелію. Для змащення робочих поверхонь насоси заповнюються спеціальним вакуумним маслом ВМ-4 або ВМ-6 з низьким парціальним тиском пари. Рідше застосовують більш дорогі сорти масел ВМ-1 або ВМ-5, однак ці масла схильні до окислювання при більш низьких температурах. У процесі експлуатації варто уникати відкачки об'ємів, які утримують пари води і органічних розчинників, тому що це різко погіршує характеристики механічних насосів. При підвищенні вологості газу, що відкачується, можливе використання газобаластного клапана [17], яким зараз забезпечується більшість насосів. Обслуговування механічних насосів зводиться до своєчасної заміни масла і підтримки його рівня в камері в процесі експлуатації. Ремонт насосів можливий тільки в умовах спеціалізованих підприємств.

Для відкачки вакуумної теплоізоляції азотних кріостатів і камер адіабатичних калориметрів у діапазоні тисків  $10^{-1} \div 10^{-5}$  Па у лабораторній

практиці найбільш часто застосовують дифузійні масляні парострумні насоси. У цьому діапазоні тисків довжина вільного перебігу молекул газу більша за характерні розміри елементів вакуумної системи і режим плин timer газу близький до молекулярного (роль зіткнень молекул поміж собою мала). Поблизу впускного отвору насоса парціальний тиск газу істотно більший, ніж в усередині струменя пари масла, що забезпечує ефективну дифузію газу усередину струменя. Газ захоплюється струменем пари масла до охолоджуваної стінки, де масло конденсується поблизу випускного отвору, а стиснений газ, що виділяється з масла, далі видаляється форвакуумним механічним насосом. Конструкція типового насоса із соплами зонтичного типу представлена на рис. 8.3. Вимоги максимальної швидкості відкачки, мінімального граничного впускного тиску й максимального випускного суперечливі, тому більшість насосів мають багатоступінчасту схему розташування сопел. При цьому важкі фракції масла з малим тиском пари (і великою швидкістю) направляються до верхнього вхідного щабля, а легкі фракції з більшим тиском і малою швидкістю до наступних (нижніх) щабелів зонтичного типу. У насосах застосовують вакуумні масла ВМ-1 і ВМ-5, а так само полісилоксанові синтетичні сполуки МФТ-1, ФМ-1 і ФМ-2, що дозволяють досягти граничного розрідження до  $10^{-7}$  Па [17]. Охолоджують насоси звичайно проточною водою або системою примусового обдуву повітрям. Швидкість дії дифузійних насосів, які застосовуються у лабораторіях, залежно від типу лежить у межах 5-50 літрів/с. На швидкість відкачки впливають потужність нагрівача, температура охолоджуваного корпусу насоса, стан і сорт вакуумного масла і склад відкачуваної газової суміші. Вплив цих факторів не настільки критичний, якщо швидкість відкачки обраного насоса свідомо більше необхідної. Граничний залишковий тиск визначається противодифузією з боку форвакууму, температурою й газовиділенням стінок насоса. Тому в процесі роботи необхідний постійний контроль ступеня охолодження

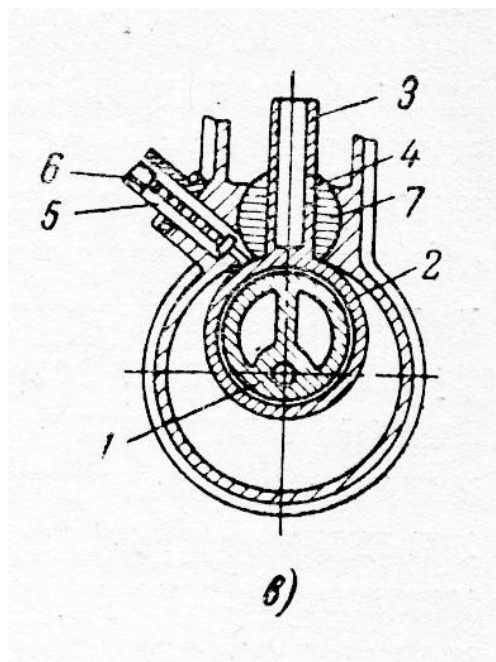


Рис.8.2. Схема механічного вакуумного насоса: 1 – ротор; 2 – корпус; 3 – золотник; 4– впускний клапан; 5 – випускний патрубок; 6 – клапан; 7 – шарнір золотника

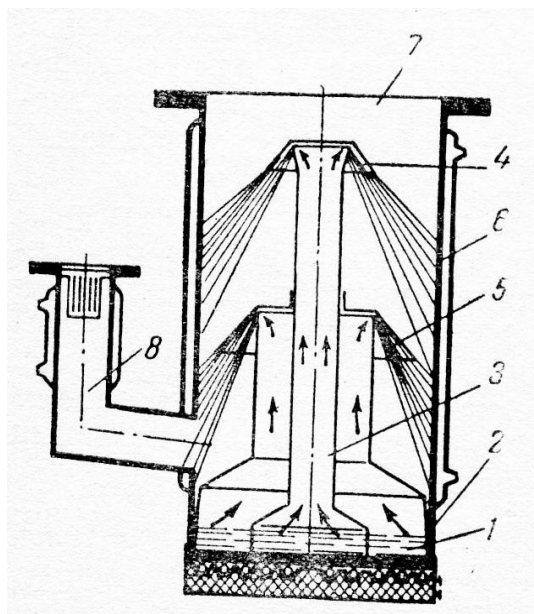


Рис.8.3. Схема пароструминного вакуумного насоса: 1 – робоча рідина (мастило); 2- кіп'ятильник; 3 – паропровід; 4 – сопло; 5 – струмінь пари; 6 – охолоджуваний корпус; 7 – впускний отвір; 8 – випускний патрубок

корпуса. Для знегажування стінок перед експлуатацією насоса бажаний прогрів корпуса насоса до 370 К у вакуумі. Дуже критично раптове припинення охолодження корпуса насоса в процесі роботи. Як правило, це приводить до перегріву масла, зникнення легких фракцій й утворення смолистого шару у середині насоса, який важко усувати. Для подальшої експлуатації насоса потрібні розбирання, ретельне очищення і зміна масла.

Дія кріопасток і кріонасосів заснована на конденсації газів на охолоджуваних металевих поверхнях, адсорбції газів на твердих охолоджуваних адсорбентах (кріоадсорбційні насоси) або спільній дії цих факторів.

Схематично конструкція кріонасоса представлена на рис. 8.4. Основним елементом насоса є кріопанель, що являє собою поверхню з великою площею, охолоджувану до кріогенних температур і виконану у вигляді системи дисків, циліндрів, змійовиків і т.п. Оскільки кріовідкачка – процес ендотермічний, обов'язковою умовою є постійний відбір тепла від кріопанелі. У лабораторних насосах звичайно застосовують рідкий азот, рідше гелій. Після завершення роботи конденсат випаровують і видаляють відкачкою механічним насосом.

Значно більше поширення в лабораторній практиці одержали кріоадсорбційні насоси, принцип дії яких заснований на температурній оборотності адсорбції, тобто поглинанні газу при зниженні температури адсорбенту і виділенні його при підвищенні температури. Кріоадсорбційні насоси застосовуються в системах безмасляної відкачки для одержання як форвакууму, так і досить низьких тисків (до  $10^{-5}$  Па) у невеликих замкнених об'ємах. Як адсорбент застосовують поруваті речовини із сильно розвиненою поверхнею ( $A \cong 1000 \text{ м}^2 / \text{г}$ ), наприклад, активоване вугілля або силікагель. Найбільш широке поширення одержали березове активоване

вугілля БАУ-1, вакуумний цеоліт СаЕН-48. Ці насоси вільні від вуглеводнів, мають необмежений термін служби, безшумні. Часто кріоадсорбційні насоси розміщують усередині кріостата поруч у вакуумною адіабатизуючою камерою. Попередньо прогрітий й відкачаний до тиску  $10^{-1} \div 10^{-2}$  Па кріонасос охолоджують рідким гелієм одночасно із заливанням заглибного кріостата. Для регулювання швидкості відкачки кріостат забезпечують додатковим вентилем.

Вакуумними фільтрами (пастками) називають пристрої, що служать для запобігання проникнення пари робочих рідин вакуумних насосів у відкачувану посудину. Високовакуумні пастки призначені для вловлювання пари робочих рідин дифузійних парострумінних насосів при молекулярному потоці газу, форвакуумні – для вловлювання пари робочих рідин механічних насосів при в'язко-молекулярному характері потоку газу. Найбільше поширення одержали механічні і адсорбційні пастки. Як механічні пастки застосовують колпачкові відбивачі потоку і системи металевих сіток або жалюзі в потоці газу. Основною особливістю конструкції є «оптична» непрозорість конструкції пастки в потоці газу. У ряді конструкцій систему вловлювання додатково охолоджують. Більш широке поширення одержали кріогенні пастки, рис. 8.5. У якості хладагента як правило використовують рідкий азот. Подібні пастки рекомендується розміщати між відкачуваним об'ємом і дифузійним (або форвакуумним) насосом. При цьому концентрація важких вуглеводнів у відкачуваному об'ємі знижується до  $10^5$  разів.

Раціональний вибір елементів вакуумної системи визначається відповідністю швидкості відкачки насосів один до одного і пропускної здатності сполучних вакуумних трубопроводів. Швидкістю відкачки через отвір (трубопровід) у літрах /с або літрах /хв ми будемо називати об'єм газу, який минає крізь нього в одиницю часу за тиском, що існує в отворі



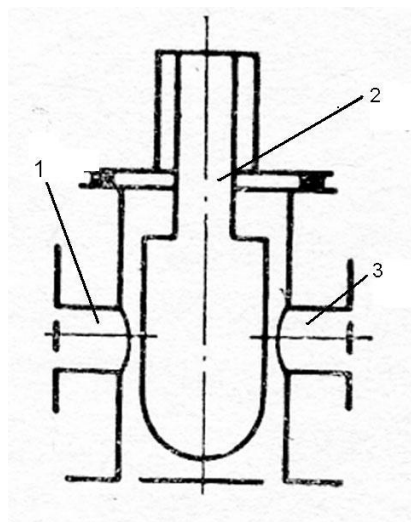


Рис.8.4. Схема азотної пастки: 1 – рідкий азот; 2 і 3 – вакуумні патрубки

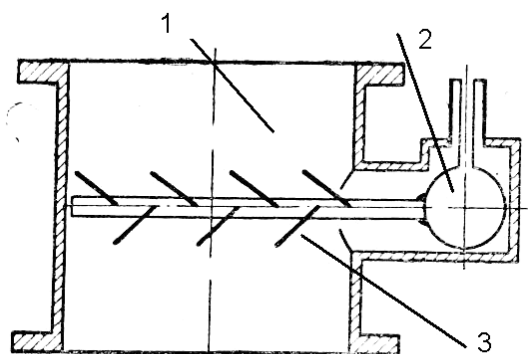


Рис.8.5. Схема азотної кріопанелі: 1 – корпус; 2 – ємність для рідкого азоту;  
3 – азотний екран

(на вході трубопроводу). За умов, коли середня довжина вільного пробігу більша за діаметр отвору (трубопроводу)  $d$ , можна одержати [7]:

$$S = 3,64A\eta\sqrt{\frac{T}{M}}, \text{ л/с}, \quad (8.1)$$

де  $A$  – площа отвору,  $0 < \eta < 1$  – ефективність насоса (звичайно  $\eta \approx 0,5$ ),  $M$  – молярна маса. Для повітря при кімнатній температурі, наприклад,  $S = 11,7$  л/с. У випадку трубопроводу:

$$S_L = 3,82\eta\sqrt{\frac{T}{M}} \frac{d^3}{l}, \text{ л/с}, \quad (8.2)$$

де  $d$  – діаметр труби в мм,  $l$  – довжина в мм. Для повітря при кімнатній температурі  $S_L \cong 100(r^3 / l)$  л/с ( $r = d / 2$ ).

Кількість газу, що проходить через вакуумну систему, стала, звідки  $S_1 P_1 = S_2 P_2 = \text{const}$ ,  $P$  – тиск. Таким чином, якщо обраний дифузійний насос має  $S_1 = 50$  л/с, повинний забезпечити тиск  $P_1 = 10^{-2}$  Па й вимагає тиску на виході  $P_2 = 10$  Па, то необхідна швидкість відкачки форвакуумного насоса становить усього  $S_2 = 5 \cdot 10^{-2}$  л/с або 5 л/хв. Швидкість відкачки всієї системи завжди визначається елементом системи з мінімальною швидкістю. Наприклад, якщо використовується дифузійний насос  $S_{\text{НАС}} = 50$  л/с у комплекті із трубопроводом  $l = 1$  м і  $d = 20$  мм ( $S_L \cong 1$  л/с), то загальна швидкість відкачки буде

$$S = \left( \frac{1}{S_{\text{НАС}}} + \frac{1}{S_L} \right) \cong 1 \text{ л/с} \quad (8.3)$$

Вакуумні трубопроводи як правило виготовляють із мідних або сталевих суцільнотягнутих, безшовних труб. Гнучкі вакуумні трубопроводи виконують із фторкаучукової гуми ІРП-2043. З'єднання металевих трубопроводів виконують за допомогою фланців з гумовими прокладками.. У надвисоковакуумних системах прокладки виготовляють із відпаленої міді.

Досить часто вакуумні сполуки виконують пайкою, детальні рекомендації можна знайти в [3]. Останнім часом з'явилася велика кількість вакуумних замазок, термопластичних і термореактивних синтетичних клеїв, які допускають охолодження до азотних і навіть гелієвих температур [3]. До них ставляться добре відомі термопластичні компаунди “Аральдит”. Для вакуумування електропідводів ряд стандартних електротехнічних багатоконтактних з'єднувачів і коаксіальних ВЧ радіотехнічних з'єднувачів випускаються промисловістю у вакуумному варіанті з ізоляцією на основі ситалу з гарантованим граничним тиском, не більшим  $10^{-6}$  Па. Оптичні виміри при низьких температурах (проблема оптичних вікон у вакуумі) досить докладно обговорюються в [15]. Відзначимо тільки, що для надійного вакуумно-щільного з'єднання, яке призначене для роботи в області температур 4,2 – 300 К, необхідно підбирати конструкційні матеріали із близькими коефіцієнтами лінійного термічного розширення.

## **8.2. Вакуумметри**

Найбільш поширені у лабораторній практиці чотири типи вакуумметрів: рідинні, деформаційні, теплові та іонізаційні.

Рідинні U-подібні вакуумметри-манометри використовують для визначення температури за допомогою відомої залежності тиск насиченої пари – температура для певної кріогенної рідини (наприклад гелію). Для манометра з закритим вакуумованим коліном тиск визначають як  $p = \rho g \Delta h$ , де  $\rho$  – густина рідини,  $g$  – прискорення вільного падіння,  $\Delta h$  – різниця рівнів рідини у колінах. Точність манометра визначається точністю виготовлення трубок і точністю відліку рівня рідини. Останню можливо значно підвищити використанням катетометра. У якості рідини використовують ртуть, і тиск визначають у так званих мм ртутного стовпчика. Часто для підвищення

точності відліку майже у 15 разів використовують вакуумне мастило, густина якого складає приблизно 1/15 густини ртуті. Рідинні вакуумметри використовують в інтервалі тисків  $10^5 - 10^2$  Па.

Деформаційні манометри-вакуумметри в якості чутливого елемента використовують пружні металеві вакуумовані спіральні трубки (трубки Бурдона) або мембрани, пов'язані з механічним пристроєм відліку. Точність визначення тиску у таких вакуумметрах не краща за 1%, але це у багатьох випадках компенсується простотою і надійністю цих приладів. Треба зазначити, що ємнісні мембранні вакуумметри з електронним градуванням досить точно вимірюють тиск в інтервалі  $10^5 - 10^{-4}$  Па і можуть повністю замінити рідинні небезпечні ртутні вакуумметри.

Теплові вакуумметри використовують залежність теплопровідності розрідженого газу від тиску. Тобто в приладі вимірюють яку-небудь фізичну величину, яка залежить від теплової енергії, що відбирається від чутливого елемента крізь газ. Існують два типи теплових вакуумметрів: резистивні і термопарні. У резистивних приладах мірою тиску є температурна залежність електроопору, у термопарних – термоелектрорушійна сила. Обидва методи потребують попереднього незалежного градування і складання відповідних таблиць перерахунку. Найбільш поширені у лабораторіях термопарні прилади. В якості датчика тиску використовують мініатюрні нагрівач і термопару, які розташовані на відстані приблизно 1 мм у газі (датчики ПМТ-2 і ПМТ-4М). Точність виміру тиску залежить від складу газової суміші. Метод має певну інерційність, яка обумовлена теплоємністю датчика. Метод придатний в інтервалі тисків  $1 - 10^{-4}$  Па.

Принцип дії іонізаційних вакуумметрів заснований на залежності струму позитивних іонів, які утворені за рахунок іонізації молекул розрідженого газу. Найбільш поширені електронні іонізаційні вакуумметри,

у яких газ іонізується за допомогою електронів, прискорених електричним полем. Датчик тиску – електронна лампа (тріод), у якій прискорені потенціалом сітки електрони іонізують молекули газу, а утворені іони перехоплюються анодом (колектором). Тобто мірою тиску є величина колекторного струму, яка пропорційна до кількості іонів, тобто до густини газу (за умови незмінної кількості електронів, яка визначається певним робочим режимом лампи). Ця залежність є лінійною у досить широкому інтервалі тисків  $300-10^{-11}$  Па, а чутливість методу залежить головним чином від складу газової суміші. До недоліків методу треба віднести принципову неможливість роботи термодіємного катоду без попередньої відкачки до тиску, меншого, ніж  $10^2$  Па. Промислові зразки вакуумметрів і методи вимірювань тиску будуть більш детально розглянуті на практикумі з фізики низьких температур.

Матеріали, які викладені у цьому навчальному посібнику, головним чином стосуються використання низьких температур у практиці фізичних лабораторій при дослідженні фізичних властивостей твердих тіл, газів і рідин. Але коло питань, які вирішуються за допомогою низьких температур, значно ширше. Це потужні магнітні системи прискорювачів, космічна галузь, кріоенергетика і кріоелектроніка, тривале зберігання біологічних об'єктів (кріоконсервація), у тому числі і харчових продуктів. Багато аспектів у цих напрямках використання низьких температур викладено у монографіях [19-21], а також у періодичних науково-технічних виданнях.

### Рекомендована література

1. Мендельсон К. На пути к абсолютному нулю. – М.: Атомиздат, 1971. – 274 с.
2. Матвеев А.Н. Молекулярная физика. – М.: Высш. школа, 1987. – 360 с.
3. Уайт Г. К. Экспериментальная техника в физике низких температур. – М.: Физматгиз, 1961. – 368 с.
4. Физика низких температур / Под ред. А. И. Шальникова. – М.: ИЛ, 1959. – 937 с.
5. Роуз-Инс А. Техника низкотемпературного эксперимента. – М.: Мир, 1966. – 214 с.
6. Фастовский Е. Г., Петровский Ю. В., Ровинский А. Е. Криогенная техника. – М.: Энергия, 1974. – 495 с.
7. Мендельсон К. Физика низких температур. – М.: ИЛ, 1963. – 230 с.
8. Лоуназмаа О.В. Принципы и методы получения температур ниже 1К. – М.: Мир, 1977. – 356 с.
9. Растворы квантовых жидкостей  $\text{He}^3 - \text{He}^4$  / Есельсон Б.Н., Григорьев В.Н. и др. – М.: Наука, 1973. – 423 с.
10. Орлова М. П. Низкотемпературная термометрия. – М.: Изд-во стандартов, 1975. – 160 с.
11. Геращенко О. А., Тордов А. М., Лах В.И., Стадник Б. И., Яришев Н. А. Температурные измерения. – К.: Наук. думка, 1984. – 494 с.
12. Вепшек Я. Измерение низких температур электрическими методами. – М.: Энергия, 1980. – 224 с.
13. Малков М. П., Данилов И. Б., Зельдович А. Г., Фрадков А. Б. Справочник по физико-техническим основам криогеники. – М.: Энергоатомиздат, 1985. – 432 с.

14. Методы получения и измерения низких и сверхнизких температур: Справочник/ Под ред. Б.И.Веркина. – К.: Наук. думка, 1987. – 198 с.
15. Беляева А.И., Силаев В.И., Стеценко Ю.Е. Проточные криостаты для лабораторных исследований. – К.: Наук. думка, 1987. – 232 с.
16. Веркин Б. И., Пустовалов В. В. Низкотемпературные исследования пластичности и прочности (приборы, техника, методы). – М.: Энергоиздат, 1982. – 192 с.
17. Вакуумная техника: Справочник / Под ред. Фролова Е.С. и Минайчева В.Е. – М.: Машиностроение, 1985. – 360 с.
18. Розанов Л.Н. Вакуумная техника.– М.: Высшая школа, 1982. – 207 с.
19. Криогенная техника / Под ред. Б.И. Веркина. – К.: Наук. думка, 1985. – 180 с.
20. Новые направления криогенной техники / Под ред. Малкова М.П. – М.: Мир, 1966. – 439 с.
21. Скотт Р.Б. Техника низких температур. – М.: ИЛ, 1962. – 413 с.

## ЗМІСТ

Передмова	3
1.Історичний огляд	4
2.Термодинаміка процесів зріджування	9
3. Конструкції зріджувачів газів	16
3.1. Зріджувачі газів	16
3.2. Теплообмінники	20
4.Адіабатичне розмагнічування	21
4.1.Розмагнічування парамагнітних солей	21
4.2.Ядерне розмагнічування	22
5.Одержання наднизьких температур при розчиненні $\text{He}^3$ у надплинному гелії	28
5.1. Фізичні основи методу	29
6.Низькотемпературна термометрія	32
6.1. Температура і її вимір	32
6.2 Міжнародні температурні шкали	41
6.3 Кріогенні термометри	46
6.3.1.Конденсаційні термометри	46
6.3.2. Газовий термометр	48
6.3.3.Термометри електричного опору з металів	48
6.3.4. Неметалічні термометри опору. Вуглецеві термометри	50
6.3.5. Напівпровідникові термометри опору	51
6.3.6. Ємнісні термометри	53
6.3.7.Термопарні термометри	53



7. Кріостати для низькотемпературних досліджень	61
7.1 Теплоізоляція кріостатів	63
7.2. Основні типи кріостатів	67
7.3. Особливості кріостатів різного призначення	74
7.3.1. Транспортні посудини Дьюара	74
7.3.2. Лабораторні кріостати різного призначення	76
8. Вакуумна техніка в низькотемпературній лабораторії	82
8.1. Вакуумні насоси	82
8.3. Вакуумметри	91
Рекомендована література	94

